

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

RECEIVED

07 FEB 2005

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung****Aktenzeichen:**

103 61 003.0

Anmeldetag:

23. Dezember 2003

Anmelder/Inhaber:hte Aktiengesellschaft the high throughput
experimentation company, 69123 Heidelberg/DE**Bezeichnung:**Vorrichtung und Verfahren zur Druck- und
Flusskontrolle in Parallelreaktoren**IPC:**

B 01 J, G 01 N

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**München, den 10. Januar 2005
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Brosig

Vorzugsweise handelt es sich bei den chemischen Reaktionen um Gasphasenre-
aktionen. In weiteren Ausführungsformen können auch Flüssigphasen- und/oder
Mehrphasenreaktionen zur Anwendung kommen.

Die Reaktionen können dabei gleich oder verschieden sein. Die chemische Reaktion oder die chemischen Reaktionen wird oder werden vorzugsweise in Anwesenheit einer katalytisch aktiven Substanz durchgeführt. Die chemische Reaktion oder die chemischen Reaktionen wird oder werden dabei vorzugsweise bei einem Druck durchgeführt, der gegenüber Atmosphärendruck erhöht ist. Die mindestens zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräume sind vorzugsweise parallel geschaltet und werden im Folgenden auch als „Parallelreaktoren“ bezeichnet.

Das Einstellen eines vorgegebenen Druckes oder Eduktflusses in einem Einzelreaktor ist seit langem bekannt und erfolgt beispielsweise über Druck und/oder Massenflussregler. Grundsätzlich lassen sich auch in mehreren parallel geschalteten Einzelreaktoren Ströme und Drucke dadurch einstellen, daß man *jeden einzelnen* Reaktor mit separater Druckmessung, Druckhaltung und Massenflußregelung ausstattet.

Solche parallelisierten Einzelreaktoren zum Testen von chemischen Reaktionen, sind beispielsweise aus der wissenschaftlichen Veröffentlichung „*Characterization and Deactivation of NiO-ThO₂ Catalysts*“ von J.T. Richardson et al. [Applied Catalysis **48** (1989) 159-176] bekannt. Hier werden Druck und Flüsse individuell pro Reaktor mit Hilfe eines „mass flow controllers“ eingestellt.

Als nachteilig bezüglich der von Richardson und Kollegen beschriebenen Anordnung ist jedoch zu sehen, dass keine echte Parallelisierung vorliegt, d.h. dass jeder Reaktor immer noch im wesentlichen einzeln geregelt und angefahren werden muss. Eine Parallelisierung von mehr als drei solcher Reaktoren, beispielsweise von 48 oder 96 Reaktoren erscheint in dieser Anordnung technisch nicht realisierbar, und ist auf jeden Fall kosten- und regelungstechnisch unververtretbar.

Neben der Einzelregelung parallelgeschalteter Reaktoren ist es auch bekannt, alle Reaktoren aus einer gemeinsamen Hochdruckgasversorgung zu speisen und den Abstrom der einzelnen Reaktoren jeweils über ein Drosselement, beispielsweise eine Kapillare zu drosseln. Die Produktströme aus den Reaktoren können dann simultan oder auch sequentiell gemessen werden.

Eine solche Anordnung, mit welcher sich eine große Anzahl von katalysierten Gasphasenreaktionen untersuchen lässt, ist in der DE 198 09 477 beschrieben. Diese Anordnung umfaßt eine Aufnahmeeinheit mit mehreren Ausnehmungen zur Aufnahme jeweils eines Feststoffes (Katalysator). Über eine gemeinsame Gaszu-

fuhren werden alle Feststoffe gleichzeitig einem Reaktionsgas ausgesetzt. Durch eine Verjüngung der Kanäle, die jeweils an den Enden der Reaktionsräume angeschlossen sind, wird eine Gleichverteilung der Gasströme (Eduktgasflüsse) in den Reaktionsräumen erreicht. Gleiche Eduktgasflüsse in allen Reaktionsräumen sind insbesondere deshalb erwünscht, weil nur so ein Vergleich der verschiedenen Katalysatoraktivitäten in den verschiedenen Reaktionsräumen möglich ist. Wären nicht alle Katalysatoren dem gleichen Eduktgasfluss ausgesetzt, so wäre es denkbar, dass beispielsweise ein besonders aktiver Katalysator nicht erkannt werden könnte.

Eine weitere hochparallelisierte Anordnung zum Testen von Materialien ist in der US 2003/0159530 beschrieben. Gemäß einer dort offenbarten Anordnung kann das Parallel-Reaktorsystem (welches vorzugsweise aus modular aufgebauten Scheiben mit jeweils mehreren Reaktionsräumen besteht) „Einrichtungen zur Flusskontrolle“ aufweisen. Beispielsweise ist eine passive, restriktive Flusskontrolle aller Reaktionskanäle dadurch möglich, dass vor den Reaktionskanälen Flussrestriktoren, wie z. B. Metallplatten mit Bohrungen und/oder Fritten vorgesehen sind, die den Fluß des einströmenden Gases kontrollieren und eine weitgehende Gleichverteilung der einströmenden Gase über die einzelnen Reaktionskanäle hinweg gewährleisten. Ferner ist es gemäß US 2003/0159530 möglich, eine derartige Einrichtung zur passiven, restriktiven Flusskontrolle auch hinter den Reaktionskanälen des Reaktionsmoduls vorzusehen, wobei eine derartige Einrichtung die gleiche Wirkung wie eine Flusskontrolle vor den Reaktionskanälen bedingt.

Eine diesem Stand der Technik entsprechende Vorrichtung ist schematisch in Figur 1 (siehe dazu auch die unten angegebene Figurenbeschreibung) dargestellt.

Die EP 1 001 846 betrifft einen ähnlichen Gegenstand wie die DE 198 09 477. Auch hier wird durch eine Pluralität von Restriktoren (Verjüngungen in Form von

Kapillaren oder Lochblenden) eine Gleichverteilung der Fluidströme auf die einzelnen Reaktionsräume gewährleistet. Dabei offenbart die EP 1 001 846, dass die Restriktoren sowohl vor als auch nach den Reaktionsräumen angebracht sein können.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, gegenüber dem Stand der Technik verbesserte Vorrichtungen zum parallelen Betreiben und/oder Testen von chemischen Reaktionen, sowie zugehörige Verfahren, bereitzustellen.

Die verbesserten Vorrichtungen und Verfahren sollen es u.a. erlauben, gerade, aber nicht ausschließlich, solche chemischen Reaktionen zu betreiben und/oder zu untersuchen, die nicht volumenkonstant sind, beispielsweise solche, bei denen sich die Zahl der gasförmigen Produktmoleküle gegenüber der Zahl der (gasförmigen) Eduktmoleküle erhöht oder erniedrigt.

Weiterhin soll es aufgabengemäß möglich sein, die Fluidflüsse durch die zumindest zwei räumlich miteinander verbundenen Reaktionsräume auf möglichst einfache Weise auch während des Ablaufens der Reaktionen regeln zu können, und zwar insbesondere so, dass der den Reaktionsräumen gemeinsame Druck durch diese Regelung nicht oder nicht wesentlich verändert wird.

Diese und weitere Aufgaben werden erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass eine Vorrichtung bereitgestellt wird, welche zumindest die folgenden Komponenten umfaßt:

- (a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktionsräume;
- (b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr für die Reaktionsräume nach (a);
- (d) reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr;

(e) reaktionsraumsausgangsseitig, und, in Strömungsrichtung des Produktes stromabwärts von der Verbindung zur Haltegaszufuhr nach (d), zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum.

5

Bevorzugt umfaßt die Vorrichtung zusätzlich zumindest eine weitere der folgenden Komponenten:

10

(c) reaktionsraumseingangsseitig zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum;

(f) zumindest eine Einheit zur Analyse der Produkte aus den einzelnen Reaktionsräumen;

15

(g) zumindest eine gemeinsame Heizeinrichtung für die Reaktionsräume, sowie mindestens eine weitere hiervon getrennte Heizeinrichtung für zumindest ein funktional zusammengehöriges Set von Restriktoren.

20

In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sollen die Bestandteile (a) bis (e), gegebenenfalls auch ohne (c), auch bei Drucken größer als Umgebungsdruck fluiddicht miteinander verbunden sein. An denjenigen Stellen der Vorrichtung, an denen das direkte Zusammenführen von Komponenten nicht möglich oder nicht sinnvoll ist, werden zum Zusammenführen bevorzugt „Verbindungen“ der unten offenbarten Art eingesetzt, d.h. bevorzugt Kanäle, Rohre oder Kapillaren.

25

Die Vorrichtungen und Verfahren der vorliegenden Erfindung können zwar besonders vorteilhaft bei nicht volumenkonstanten Reaktionen eingesetzt werden, sind aber ohne Nachteil auch einsetzbar, wenn einige oder alle der Reaktionen volumenkonstant ablaufen. Eine beispielhafte Ausgestaltung dieser Ausführungsform ist schematisch in Figur 2 abgehandelt (siehe dazu auch die unten angegebene

30

Figurenbeschreibung).

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung wird auch gelöst durch ein Verfahren zum parallelen Durchführen von zumindest zwei chemische Reaktionen, die gleich oder verschieden sein können, in zumindest zwei räumlich voneinander
5 getrennten Reaktionsräumen. Das erfindungsgemäße Verfahren umfaßt dabei zumindest die folgenden Schritte:

(A) Inkontaktbringen jeweils mindestens einer Substanz in zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen mit zumindest einem Edukt über zumindest eine allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Eduktzufuhr;
10

(B) simultanes Inkontaktbringen des jeweils mindestens einen Produktflusses aus den zumindest zwei voneinander räumlich getrennten Reaktionsräumen mit einem Haltegas aus einer allen Reaktionsräumen, oder
15 Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr.

Dabei erfolgt die Eduktzufuhr bevorzugt über jeweils jedem Reaktionsraum reaktionsraumeingangsseitig vorgeschaltete Restriktoren. Sets (bzw. Gruppen) von reaktionsraumeingangsseitigen (und/oder reaktionsraumsausgangsseitig) jeweils
20 funktional zusammengehörigen Restriktoren sind bevorzugt gleich oder ähnlich und bedingen einen jeweils gleichen oder ähnlichen Strömungswiderstand. Die Restriktoren, bzw. die Sets (Gruppen) von Restriktoren, führen deshalb zu einer zumindest angenäherten Gleichverteilung der Eduktgasflüsse auf die einzelnen Reaktionsräume. Dies gilt unabhängig davon, ob die Restriktoren nur reaktionsraumsausgangsseitig oder auch zusätzlich reaktionsraumeingangsseitig angebracht sind.
25

Die Zufuhr des Haltegases erfolgt bevorzugt über zumindest eine Haltegaszufuhr sowie in Richtung der Ausgangsseite eines jeden Reaktionsraumes. Dabei wird
30 der Haltegasdruck in einer weiteren bevorzugten Ausführungsform so eingestellt, dass er stets kleiner ist als der Druck von Seiten der Eduktzufuhr.

Um den Druck in allen Reaktionsräumen, auch bei Volumenschwankungen in einzelnen Reaktionsräumen, konstant zu halten, ist zumindest reaktionsraumsausgangsseitig und stromabwärts (bezogen auf den Fluss des aus dem Reaktionsraum fließenden Produkts) vom Knoten/Mischpunkt, an welchem das Haltegas eingespeist wird, jeweils ein Restriktor pro Reaktionsraum vorgesehen.

Die reaktionsraumsausgangsseitigen Restriktoren sollen bevorzugt so ausgestaltet sein, dass sie gleiche oder ähnliche Strömungswiderstände bedingen. Die Strömungswiderstände sollen vorzugsweise so bemessen sein, dass die gegebenenfalls den Restriktoren nachgeschalteten Komponenten zur Produktführung, wie beispielsweise Multiportventile, spezifikationsgemäß eingesetzt werden können.

Bezüglich des Druckes im Reaktionsraum bestehen im Prinzip keine Beschränkungen. Bevorzugt beträgt der Druck im Reaktionsraum von 1 bar bis 500 bar liegen, weiter bevorzugt von 2 bis 200 bar, weiter bevorzugt von 20 bis 160 bar. Diese Druckbereiche gelten auch für den Druck der gemeinsamen Eduktzufuhr und/oder der gemeinsamen Haltegas- und Regelfluidzufuhr (siehe unten).

Es ist bevorzugt, dass der Strömungswiderstand des Reaktionsraumes selber, d.h. der Strömungswiderstand zwischen Reaktionsraumseingang und Reaktionsraumsausgang vernachlässigbar ist gegenüber dem Strömungswiderstand der Restriktoren. Dabei bedeutet „vernachlässigbar“, dass der Strömungswiderstand jedes Reaktionsraumes weniger als 50% des Strömungswiderstands des Restriktors mit dem geringsten Strömungswiderstand betragen soll, bevorzugt weniger als 10 %, weiter bevorzugt weniger als 1 %.

Ein Vorteil der erfindungsgemäßen Verfahrens liegt insbesondere darin, dass (i) durch die reaktionsraumseingangs- und/oder ausgangsseitigen Restriktoren ein Strömungswiderstand für das Edukt bezüglich der einzelnen Reaktionsräume realisiert wird, und dass gleichzeitig (ii) der Druck in den Reaktionsräumen durch

Verbindung zu einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr konstant gehalten wird. Dadurch resultiert ein *konstanter Eduktfluss durch alle Reaktionsräume* auch bei Volumenschwankungen in denselben.

Sollte nun bei einer Reaktion eine Volumenkontraktion auftreten (beispielsweise dadurch, dass bei einer Reaktion ein Gas verbraucht wird), so wird entsprechend mehr Haltegas nachgeliefert (bei gleichbleibendem Eduktstrom). In einer für die Praxis bevorzugten Ausführungsform wird dabei im „Anlaufbetrieb“, d.h. wenn zwar schon ein Eduktfluss durch die Reaktionsräume vorliegt, und von Seiten der Eduktzufuhr den Reaktionsräumen ein Druck p_1 angelegt ist, die Reaktionen selber aber noch nicht ablaufen (beispielsweise weil der Katalysator noch nicht aktiviert ist, oder weil die Temperatur noch nicht eingestellt ist), der Druck p_2 des Haltegases mit Hilfe eines haltegaszufuhrseitigen Druckreglers so eingestellt, dass in den Reaktionsräumen in etwa der Druck erreicht wird, wie er dort während der Reaktion herrschen soll.

Daran anschließend wird der Eduktfluss aus der gemeinsamen Eduktzufuhr bevorzugt so eingestellt, dass Edukt von der Eduktzufuhr in die Reaktionsräume fließt. Dabei ist es bevorzugt, dass der haltegaszufuhrseitige Durchflussmesser keinen oder nur einen geringen Haltegasfluss anzeigt. Dabei soll p_2 kleiner als p_1 sein (andernfalls würde kein Edukt durch die Reaktionsräume fließen).

Sollte eine Volumenexpansion bei der Reaktion auftreten, so vermindert dies dem Fluss aus der Haltegaszufuhr entsprechend, und der Druck in den Reaktionsräumen bleibt weiterhin konstant. Damit bei der Volumenexpansion überschüssiges Gas von der Haltegaszufuhr „aufgefangen“ werden kann, wird in einer bevorzugten Ausführungsform der Haltegasfluss im oben erwähnten Anlaufbetrieb auf einen von Null verschiedenen aber konstanten Wert eingestellt. In dieser Betriebs-

weise können sowohl Volumenkontraktionen, als auch Volumenexpansionen „aufgefangen“ werden.

- 5 In einer weiteren Ausführungsform umfaßt die Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung zumindest die folgenden Komponenten:

- 10 (a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktionsräume;
(b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder für Teilmengen hiervon;
(d) reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Haltegaszufuhr;
15 (d') reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Regelfluidzufuhr.
(e) reaktionsraumsausgangsseitig, und, in Strömungsrichtung des Produktes stromabwärts von der Verbindung zur Haltegaszufuhr nach (d) sowie der Verbindung zur Regelfluidzufuhr nach (d'), zumindest einen Restriktor
20 pro Reaktionsraum.

Bevorzugt umfaßt die Vorrichtung zusätzlich zumindest eine weitere der folgenden Komponenten:

- 25 (c) reaktionsraumseingangsseitig zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum;
(f) zumindest eine Einheit zur Analyse der Produkte aus den einzelnen Reaktionsräumen;
(g) zumindest eine gemeinsame Heizeinrichtung für die Reaktionsräume,
30 sowie mindestens eine weitere hiervon getrennte Heizeinrichtung für zumindest ein funktional zusammengehöriges Set von Restriktoren.

Eine Vorrichtung, die diese Ausführungsform im Prinzip illustriert, ist in Figur 3 gezeigt (siehe auch die dazu unten angegebene Figurenbeschreibung).

- 5 Entsprechend der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit Regelfluidzufuhr gilt für das erfindungsgemäße Verfahren unter Verwendung einer Regelfluidzufuhr, dass zusätzlich zu den oben offenbarten Schritten (A) und (B) ein Schritt (C) erfolgt:

(C) simultanes Inkontaktbringen des jeweils mindestens einen Produktflusses aus den zumindest zwei voneinander räumlich getrennten Reaktionsräumen mit einem Regelfluid aus zumindest einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Regelfluidzufuhr.

- 10 Im Gegensatz zur Haltegaszufuhr, welche es zur Aufgabe hat, mögliche Volumenschwankungen in den einzelnen Reaktionsräumen auszugleichen, ist es die Aufgabe der Regelfluidzufuhr, die Fluidflüsse durch die einzelnen Reaktionsräume gemeinsam und gleichzeitig auf einen vorgegebenen gleichen Wert einzuregeln (Reaktionsraumsflussregelung), und zwar ohne dabei den Druck in den Reaktionsräumen zu verändern.

- 20 Dies wird bevorzugt dadurch erreicht, dass in einem Massendurchflussregler der Regelfluidzufuhr ein vorbestimmter gesamter Regelfluidfluss (F_{ges}^R) eingestellt wird. Dadurch, dass sich bei der Regelfluidzufuhr zwischen dem Massendurchflussregler und der Pluralität von räumlich voneinander getrennten Verbindungen zu den einzelnen Reaktionsräumen jeweils ein Restriktor befindet (siehe unten), und die Restriktoren alle den gleichen oder ähnliche Strömungswiderstand/widerstände aufweisen, wird das gesamte Regelfluid in gleichen Flüssen auf die einzelnen Reaktionsräume aufgeteilt.

- 30 Wird beispielsweise im Massendurchflussregler der Regelfluidzufuhr ein Fluss von 1,5 l/h eingestellt, und verzweigt sich die Regelfluidzufuhr nach dem Massendurchflussregler in drei separate Verbindungen (mit jeweils einem Re-

striktor), die zu drei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen führen, so ergibt sich nach jedem Restriktor ein Fluss von ca. 0,5 l/h.

5 Bezüglich der so mit Hilfe eines Massendurchflussreglers, bevorzugt mit Hilfe eines thermischen Massendurchflussreglers, eingestellten Flüsse besteht im Prinzip keine Beschränkung. Bevorzugt wird der Fluss des Regelfluids so eingestellt, dass Edukt von der Eduktzufuhr durch die Reaktionsräume, oder Teilmengen hiervon, fließen kann. Weiter ist es bevorzugt, dass der Fluss zumindest eines
10 Regelfluids 0,001 % bis 99,9 % des Flusses zumindest eines Eduktfluides beträgt, weiter bevorzugt 95 % bis 0,01 % desselben, weiter bevorzugt 90 % bis 0,1 %. Beträgt das Volumen der Reaktionsräume 0,1 bis 50 ml, so ist im Sinne der vorliegenden Erfindung Regelfluidflüsse von 0,5 bis 10 l/h bevorzugt.

15 Da diese Flüsse bereits sozusagen von der Regelfluidzufuhr „bereitgestellt“ werden, vermindert sich der von der Eduktzufuhr bereitzustellende Fluss, und damit der Fluss durch die Reaktionsräume, um jeweils um diesen Betrag. Wird in der oben beschriebenen „Anlaufphase“ ein konstanter Regelfluidfluss eingestellt, so kann durch Erhöhen oder Erniedrigen dieses Regelfluidflusses der Fluss an Edukt
20 durch den Reaktor jeweils erniedrigt oder erhöht werden, ohne dass hiervon der Druck in den Reaktionsräumen signifikant oder überhaupt beeinträchtigt würde.

 Dementsprechend kann durch Erhöhen (Erniedrigen) des Regelgasflusses aus der Regelfluidzufuhr der Eduktfluss bei einer Gasphasenreaktion erniedrigt (erhöht)
25 werden, und es kann durch Erhöhen (Erniedrigen) des Regelflüssigkeitsflusses aus der Regelfluidzufuhr der Eduktfluss bei einer Flüssigphasenreaktion erniedrigt (erhöht) werden.

 Insgesamt ist es in dieser Ausführungsform also möglich, auf eine einfache Art
30 und Weise, und insbesondere mit einem einzigen Massendurchflussregler, die

durch alle Reaktionsräume fließende Fluidmenge auch während des Ablaufens der parallelen Reaktionen zu regulieren, und zwar ohne dadurch den in den Reaktionsräumen herrschenden Druck signifikant zu beeinflussen.

5

In einer bevorzugten Ausführungsform der Vorrichtung werden die Verbindungen, welche von der Regelfluidzufuhr zu den Reaktionsräumen geführt werden sollen, mit den Verbindungen, die reaktionsraumsausgangsseitig zum Ableiten der Produkte an die Reaktionsräume angeschlossen sind, in einem Knoten/Mischpunkt zusammengeführt.

10

Dabei sollen diese Knoten/Mischpunkte zum Einspeisen des Regelfluides bevorzugt stromabwärts (in Bezug auf die Flussrichtung des Regelfluides) nach den Restriktoren der Regelfluidzufuhr liegen und gleichzeitig auch stromaufwärts (in Bezug auf die Flussrichtung des Produktes/der Produkte) vor den reaktionsraumsausgangsseitigen Restriktoren [Restriktoren nach (e)].

15

Die Verbindungen zur Regelfluidzufuhr können im gleichen Knoten/Mischpunkt mit den Verbindungen zu den Reaktionsräumen zusammenkommen, wie die Verbindungen zur Haltegaszufuhr. Es ist allerdings bevorzugt, dass jede Verbindung, die von der Regelfluidzufuhr kommt, mit einer Verbindung, die reaktionsausgangsseitig zu einem Reaktionsraum führt, in einem anderen Knoten/Mischpunkt zusammengeführt wird, als die Verbindungen von der Haltegaszufuhr zu den Reaktionsräumen. Es ist weiter bevorzugt, dass sich die Verbindungen zur Regelfluidzufuhr näher an den Reaktionsräumen befinden, als die Verbindungen zur Haltegaszufuhr.

20

25

Im erfindungsgemäßen Verfahren unter Verwendung einer Regelfluidzufuhr kann der mit dem Massendurchflussregler einzustellende gesamte Regelfluidfluss F_{ges}^R in der Anlaufphase so eingestellt werden, dass dieser zu Beginn der Reaktionen in den Reaktionsräumen gleich Null ist. Damit ist der Eduktfluss durch die Reak-

30

tionsräume zu Beginn des Verfahrens maximal. In diesem Fall kann während der Reaktionen durch Einstellen eines positiven Regelfluidflusses der Eduktfluss lediglich minimiert werden.

5

In einer bevorzugten Ausführungsform wird der mit dem Massendurchflussregler in der Anlaufphase einzustellende gesamte Regelfluidfluss F_{ges}^R auf einen konstanten, von Null verschiedenen Wert eingestellt. In diesem Fall kann während der Reaktionen durch Erhöhen oder Erniedrigen des Regelfluidflusses der Eduktfluss durch die einzelnen Reaktionsräume für alle Reaktionsräume je nach Bedarf sowohl verringert als auch vergrößert werden.

10

Rein prinzipiell ist es denkbar, zur Regelung des Eduktflusses nicht eine von der Haltegaszufuhr separate Einheit vorzusehen (hier die Regelfluidzufuhr), sondern den Fluss des Haltegases selber über einen haltegasseitigen Massendurchflussregler einzustellen. Damit wird das Haltegas gegebenenfalls zum Haltefluid. Vorliegend ist aber der Einsatz zweier entkoppelter Einheiten, zum einen der Haltegaszufuhr zum Einstellen eines konstanten Haltedrucks und zum Ausgleich von Volumenschwankungen in den Reaktionsräumen, und zum anderen der Regelfluidzufuhr zum gleichzeitigen Regeln des Eduktflusses in den einzelnen Reaktionsräumen, bevorzugt.

15

20

In einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung soll der reaktionstechnischen Besonderheit Rechnung getragen werden, dass das Produkt, welches aus dem zumindest einen Reaktionsraum strömt, eine flüssige Phase sein oder neben einer Gasphase enthalten kann. Die flüssige Phase kann dabei die Gasphase teilweise „mitreißen“ oder eine Gasphase zumindest teilweise gelöst enthalten. Ein solches Produkt ergibt sich vorzugsweise, wenn im Reaktionsraum eine Mehrphasenreaktion, insbesondere eine Gas-Flüssig-Reaktion, durchgeführt wird. Der Reaktionsraum wird in diesem Fall in einer bevorzugten Ausführungsform als

25

30

Gas-Fest-Flüssig-Reaktor realisiert, weiter bevorzugt als sogenannter „trickle bed reactor“.

- 5 Beim Vorliegen dieser Ausführungsform ist es vorteilhaft und bevorzugt, dass die Gasphase zu Zwecken der Analyse von der flüssigen Phase abgetrennt wird, und zwar vorzugsweise in Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung, wobei jeweils eine solche Einheit pro Reaktionsraum diesen reaktionsausgangsseitig nachgeschaltet ist.

10

In dieser Ausführungsform umfaßt die Vorrichtung zum parallelen Testen von Mehrphasenreaktionen gemäß der vorliegenden Erfindung zumindest die folgenden Komponenten:

- (a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktionsräume;
- 15 (b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder Teilmengen hiervon;
- (b') reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktflüssigkeitszufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder Teilmengen hiervon;
- (b'') reaktionsraumseingangsseitig und als Bestandteil der Verbindungen
- 20 von der gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr zu den Reaktionsräumen nach (a) zumindest einen Restriktor pro Verbindung;
- (e') reaktionsraumsausgangsseitig, und, in Strömungsrichtung des zumindest einen Produktes stromabwärts von der Verbindung zu einer optional vorhandenen Regelfluidzufuhr, zumindest eine Einheit zur Gas-Flüssig-
- 25 Trennung pro Reaktionsraum;
- (e'') zugehörig zu jeder Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung eine Verbindung zur Ableitung des zumindest einen Reaktionsgases;
- (e''') pro Verbindung nach (e''), und über einen Knoten/Mischpunkt, eine Verbindung zu einer gemeinsame Haltegaszufuhr;

30

(e''') nach dem Knoten nach (e''), d.h. in Strömungsrichtung des Reaktionsgases stromabwärts, aber vor der Einheit zur Analyse, zumindest einen Restriktor pro Verbindung nach (e').

5

Die Verbindung nach (e') ist dabei bevorzugt am Kopf der Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung angebracht. Dabei sind die Verbindungen von der gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr zu den zumindest zwei Reaktionsräumen räumlich und stofflich getrennt von der gemeinsamen Eduktzufuhr nach (b). Das Prinzip einer solchen Ausführungsform ist beispielhaft in Figur 4 skizziert (siehe dazu auch die

10

unten angegebene Figurenbeschreibung).

In einer bevorzugten Ausführungsform umfaßt die Vorrichtung zusätzlich zumindest eine weitere der nachfolgenden Komponenten:

- 15
- (c') reaktionsraumseingangsseitig, und zugehörig zu den Verbindungen von der gemeinsamen Eduktzufuhr zu den zumindest zwei Reaktionsräumen, zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum;
 - (d') reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Regelfluidzufuhr;
 - 20
 - (f) zumindest eine Einheit zur Analyse der Reaktionsgase aus den einzelnen Reaktionsräumen;
 - (g) zumindest eine gemeinsame Heizeinrichtung für die Reaktionsräume, sowie mindestens eine weitere hiervon getrennte Heizeinrichtung für zumindest ein funktional zusammengehöriges Set von Restriktoren.
 - 25

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist zumindest einer der Reaktionsräume nach (a), bevorzugt aber sind alle Reaktionsräume, als Gas-Flüssig-Fest-Reaktor(en) ausgebildet. Es ist bevorzugt, dass die Verbindungen von der

30

gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr zu den zumindest zwei Reaktionsräumen räumlich und stofflich getrennt sind von den Verbindungen zur gemeinsamen Eduktzufuhr nach (b).

5

Mit Hilfe der hier vorliegenden Vorrichtung kann erfindungsgemäß das Verfahren wie folgt durchgeführt werden:

10

(A') Inkontaktbringen jeweils mindestens einer Substanz pro Reaktionsraum in zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen mit zumindest einem Edukt über zumindest eine allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Eduktzufuhr, sowie mit zumindest einer Eduktflüssigkeit über eine allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr;

15

(B') simultanes Inkontaktbringen des jeweils aus jeder Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung abfließenden mindestens einen Reaktionsgases mit einem Haltegas aus zumindest einer allen Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung gemeinsamen Haltegaszufuhr;

20

(D) Einführen der aus dem Reaktor fließenden Produktflüsse in jeweils zumindest eine Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung pro Reaktionsraum.

Zusätzlich zu den vorstehend genannten Schritten ist im erfindungsgemäßen Verfahren zumindest ein weiterer Schritte bevorzugt:

25

(C') simultanes Inkontaktbringen des jeweils mindestens einen Produktflusses aus zumindest zwei voneinander räumlich getrennten Reaktionsräumen mit einem Regelfluid aus einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Regelfluidzufuhr.

30

Im erfindungsgemäßen Verfahren ist es bevorzugt, wenn die Raumgeschwindigkeit der Eduktflüssigkeit (LHSV) in den Reaktionsräumen von $0,2 \text{ h}^{-1}$ bis 10 h^{-1} reicht, bevorzugt von $0,5 \text{ h}^{-1}$ bis 3 h^{-1} .

Bezüglich der gemeinsamen Haltegaszufuhr, der gemeinsamen Eduktzufuhr sowie der gemeinsamen Regelfluidzufuhr gilt das im Zusammenhang mit den vorstehenden Ausführungsformen offenbarte.

5

Bezüglich der Regelfluidzufuhr gilt in Ergänzung zu den vorstehend genannten Ausführungsformen, dass das Regelfluid in der Ausführungsform umfassend Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung besonders bevorzugt als Gas vorliegt. In diesem Fall dient das Regelgas nicht nur zum Regeln der Flüsse durch die Reaktionsräume sondern auch als „strip gas“, welches gemäß der in der Vorrichtung vorliegenden Strömungsrichtung durch die Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung fließt und dort dazu beiträgt, in der flüssigen Phase gelöstes Gas bzw. flüchtige Komponenten aus dieser auszutragen („abzustrippen“).

15 Als Strip-Gas wird bevorzugt ein Inertgas eingesetzt, weiter bevorzugt Stickstoff oder ein Edelgas oder eine Mischung hiervon. Durch das Strip-Gas kann bevorzugt auch die Viskosität des Reaktionsgases erhöht bzw. stabilisiert werden. Dies ist vorteilhaft, um auch für geringviskose Gase einen genügend hohen Strömungswiderstand in den Restriktoren zu induzieren.

20

Bezüglich der Verwendung der Ausführungsformen gemäß der vorliegenden Erfindung soll unter anderem das Folgende gelten: Die erfindungsgemäße Vorrichtung sowie das erfindungsgemäße Verfahren können im Prinzip zum parallelen Untersuchen aller chemischen Reaktionen eingesetzt werden, bei denen zumindest

25

Beispiele geeigneter Reaktionen sind die Zersetzung von Stickoxiden, die Ammoniak-synthese, die Ammoniak-Oxidation, Oxidation von Schwefelwasserstoff zu Schwefel, Oxidation von Schwefeldioxid, Direktsynthese von Methylchlorsilanen, Ölraffination, oxidative Kopplung von Methan, Methanolsynthese, Hydrierung von Kohlenmonoxid und Kohlendioxid, Umwandlung von Methanol in Kohlenwasserstoffe, katalytische Reformierung, katalytisches Cracken und Hydrocracken, Kohle-

30

vergasung und -verflüssigung, Brennstoffzellen, heterogene Photokatalyse, Synthese von Ethern, insbesondere MTBE und TAME, Isomerisierungen, Alkylierungen, Aromatisierungen, Dehydrierungen, Hydrierungen, Hydroformylierungen, selektive
5 bzw. partielle Oxidationen, Aminierungen, Halogenierungen, nukleophile aromatische Substitutionen, Additions- und Eliminierungsreaktionen, Dimerisierungen, Oligomerisierungen und Metathese, Polymerisationen, enantioselektive Katalyse und biokatalytische Reaktionen und zur Materialprüfung, und dabei insbesondere zur
10 Bestimmung von Wechselwirkungen zwischen zwei oder mehr Komponenten an Oberflächen oder Substraten, insbesondere bei Composit-Materialien.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung sind in der Petrochemie gebräuchliche Reaktionen bevorzugt, insbesondere Hydroprocessing, Hydrocracking, Entschwefelung (HDS), Entstickung (HDN), Oligomerisierungen, Polymerisationsreaktionen, Aro-
15 matisierungsreaktionen, Hydrierungen, Fischer-Tropsch-Reaktionen.

Im Folgenden sollen die wesentlichen Begriffe wie sie in der vorliegenden Erfindung verwendet werden, und soweit sie nicht unmittelbar aus dem Fachwissen folgen, bezüglich ihres technischen Gehaltes erläutert werden. Dabei werden auch
20 die jeweils bevorzugten Ausführungsformen angegeben.

Unter einer Gasphasenreaktion im Sinne der vorliegenden Erfindung ist eine chemische Reaktion zu verstehen, bei welcher alle Edukte und Produkte unter Reaktionsbedingungen als Gase vorliegen.
25

Unter einer Flüssigphasenreaktion im Sinne der vorliegenden Erfindung ist eine chemische Reaktion zu verstehen, bei welcher alle Edukte und Produkte unter Reaktionsbedingungen flüssig sind.

30 Unter einer Mehrphasenreaktion im Sinne der vorliegenden Erfindung ist eine chemische Reaktion zu verstehen, die unter Reaktionsbedingungen in Anwesenheit zumindest zweier verschiedener Phasen, die nicht vollständig miteinander mischbar sind, abläuft. Die Phasen können dabei alle oder teilweise oder einzeln

flüssig und/oder fest und/oder gasförmig sein. Die Phasen können Edukte oder Produkte oder beides sein.

- 5 Unter einer nicht volumenkonstanten Reaktion im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede chemische Reaktion zu verstehen, bei der sich die Molzahl an gasförmigen Substanzen pro Formelumsatz ändert, und/oder das Volumen aufgrund einer Umwandlung fest/fest, fest/flüssig, flüssig/flüssig, flüssig/gasförmig oder gasförmig/gasförmig (bei nicht-idealen Gasen) zu- bzw. abnimmt.

10

Unter einen „gemeinsamen Eduktzufuhr“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede Art der Zufuhr zu verstehen, in welcher zumindest ein Edukt mindestens zwei räumlich miteinander verbundenen Reaktionsräumen zugeführt wird, und zwar so, dass Reaktionsräumen gleichzeitig und gemeinsam dem zumindest einen

15 Edukt ausgesetzt sind.

Eine gemeinsame Eduktzufuhr im Sinne der vorliegenden Erfindung umfaßt bevorzugt zumindest die folgenden Komponenten:

20

- (i) zumindest eine Versorgungseinheit für das zumindest eine Edukt;
- (ii) zumindest einen Druckregler und/oder einen Massendurchflussregler für das zumindest eine Edukt.

25

Dabei ist das „Edukt“ bevorzugt ein Fluid. Weiter bevorzugt enthält das Edukt zumindest eine Gasphase und wird dann als „Eduktgas“ bezeichnet.

30

Unter einem „Eduktgas“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Gas oder jede Gasmischung zu verstehen, die den Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, (über die gemeinsame Eduktzufuhr) zugeführt werden kann. Das Eduktgas kann, muss aber nicht, ein Inertgas enthalten und/oder eine Beimischung, die als interner Standard zur Bestimmung bestimmter Eigenschaften (beispielsweise Gasfluss etc.) dienen kann.

Das Eduktgas enthält bevorzugt zumindest eine Komponente, die an der zu untersuchenden chemischen Reaktion teilnimmt. Das Eduktgas kann auch feste und/oder flüssige Komponenten als disperse Phase enthalten (Aerosol, Rauch, Schaum etc.).

Die gemeinsame Eduktzufuhr erfolgt bevorzugt über ein Manifold, eine rechenförmige Anordnung von Kanälen/Rohren (siehe unten) oder Kapillaren (siehe unten) mit einem gemeinsamen Knoten/Mischpunkt (siehe unten). In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform erfolgt die gemeinsame Eduktzufuhr über eine Eduktzufuhrkammer. Eine solche Eduktzufuhrkammer ist beispielhaft in der DE 198 09 477 als Gaszufuhrkammer beschrieben. Auf die Offenbarung der DE 198 09 477 bezüglich einer gemeinsamen Gaszufuhrkammer wird hier vollumfänglich Bezug genommen.

Bevorzugt wird das zumindest eine Eduktfluid über einen Massendurchflussregler (siehe unten) dosiert. Der Massenfluss wird dabei während des Betriebes der Vorrichtung bevorzugt - aber nicht notwendigerweise konstant gehalten. Falls ein Eduktgas als Fluid eingesetzt wird, so stellt eine vorzugsweise einzusetzende Druckhaltung über einen Druckregler (siehe unten) sicher, dass der Druck des

zumindest einen Eduktgases - im Rahmen gegebenenfalls vorzugebender Schwellenwerte - bei einem konstanten Wert p_1 gehalten werden kann.

Neben dem zumindest einen Edukt können den Reaktionsräumen über die gemeinsame Eduktversorgung auch beliebige weitere fluide Komponenten zugeführt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird in zumindest einem Reaktionsraum zumindest eine feste Substanz mit einem Gas oder einer Flüssigkeit belastet. Vorzugsweise ist diese feste Substanz Bestandteil einer Katalysatorschüttung. Die Belastung wird typischerweise in Einheiten von h^{-1} angegeben und als „GHSV“ (gas hourly space velocity) oder als „Raumgeschwindigkeit“ bezeichnet, wenn das

Edukt ein Gas ist. Entsprechend wird die Belastung mit einer Flüssigkeit als „LHSV“ (liquid hourly space velocity), unter Verwendung der gleichen Einheiten, bezeichnet.

5

Für das erfindungsgemäße Verfahren beträgt die GHSV bevorzugt 300 h^{-1} bis 10.000 h^{-1} , bevorzugt 500 h^{-1} bis 3000 h^{-1} , wohingegen die LHSV $0,2 \text{ h}^{-1}$ bis 10 h^{-1} , vorzugsweise $0,5 \text{ h}^{-1}$ bis 3 h^{-1} beträgt.

- 10 Ein Fluid im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede Substanz, bei welcher sich die elementaren Bestandteile, welche die Substanz aufbauen, beispielsweise Elemente oder Moleküle, aber auch Agglomerate davon, gegeneinander bewegen, und insbesondere keine Fernordnung zueinander aufweisen. Darunter fallen insbesondere Flüssigkeiten oder Gase, aber auch Wachse, Öle, Dispersionen, Fette,
- 15 Suspensionen, Schmelzen, pulverförmige Feststoffe usw. Sofern das Medium in flüssiger Form vorliegt, werden auch mehrphasige flüssige Systeme als Fluide verstanden. In jedem Fall sind auch alle Mischungen der oben genannten Substanzen eingeschlossen.

- 20 Unter einem „Produkt“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Fluid oder jede Fluidmischung zu verstehen, sowie jede disperse Phase (die gegebenenfalls auch feste Bestandteile enthalten kann), welches/welche aus zumindest einem Reaktionsraum abgeführt und analysiert werden kann. Das Produkt kann, muss aber nicht, Edukt enthalten. Das Produkt kann, muss aber nicht, ein fluides Reaktionsprodukt der Umsetzung, welche in einem Reaktionsraum stattgefunden hat,
- 25 enthalten.

- In einer bevorzugten Ausführungsform ist das Produkt ein Gas oder eine Gas Mischung, oder eine Flüssigkeit, die ein Gas physikalisch oder chemisch gelöst enthält. Ist das Produkt ein Gas oder eine Gas Mischung, so wird es als „Reaktionsgas“ bezeichnet. Ein Reaktionsgas ist insbesondere auch das in einer besonderen Ausführungsform der Erfindung aus der Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung austretende Gas.
- 30

Unter einen „gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede Art der Zufuhr zu verstehen, in welcher zumindest eine Eduktflüssigkeit mindestens zwei räumlich miteinander verbundenen Reaktionsräumen
5 zugeführt wird, und zwar so, dass Reaktionsräume der zumindest einen Eduktflüssigkeit gleichzeitig und gemeinsam ausgesetzt sind. Der Reaktionsraum ist in diesem Fall bevorzugt ein Gas-Flüssig-Fest-Reaktor. Die gemeinsame Eduktflüssigkeitszufuhr liegt bevorzugt zusätzlich neben der oben offenbarten gemeinsamen Eduktzufuhr vor. Die Eduktflüssigkeitszufuhr wird bevorzugt bei Mehrphasenre-
10 aktionen eingesetzt.

Eine gemeinsame Eduktflüssigkeitszufuhr im Sinne der vorliegenden Erfindung umfaßt bevorzugt zumindest die folgenden Komponenten:

- 15 (i) zumindest eine Versorgungseinheit für zumindest eine Eduktflüssigkeit;
- (ii) zumindest einen Massendurchflussregler für zumindest eine Eduktflüssigkeit;
- (iii) stromabwärts (bezogen auf die Flussrichtung der Eduktflüssigkeit) des Massendurchflussreglers, und vor den Eingängen der zumindest zwei
20 räumlich voneinander getrennten Reaktionsräume, jeweils einen Restriktor pro Verbindung von der Eduktflüssigkeitszufuhr zu den Reaktionsräumen.

Die Versorgungseinheit für die zumindest eine Eduktflüssigkeit ist bevorzugt eine
25 Pumpe.

Unter einem Restriktor im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Bauteil zu verstehen, welches beim Durchströmen mit einem Fluid diesem gegenüber einen signifikanten Strömungswiderstand darstellt. „Signifikant“ bedeutet dabei, dass der Strömungswiderstand eines jeden Restriktors zumindest um 10 %, bevorzugt
30 um zumindest 50 %, weiter bevorzugt um mehr als 100% größer ist als der Strömungswiderstand eines jeden anderen Bauteils (Komponente) in der Vorrichtung, ausgenommen alle anderen Restriktoren.

Werden Restriktoren reaktionsraumseingangsseitig eingesetzt, so soll im erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt ein Druckverlust von zumindest 10 bar erzeugt werden, weiter bevorzugt ein Druckverlust von zumindest 20 bar, weiter
5 bevorzugt von zumindest 50 bar. Dabei ist der Druckverlust die Differenz „Druck vor dem Reaktionsraum“ abzüglich des Druckes nach dem Reaktionsraum.

Werden die Restriktoren reaktionsraumsausgangsseitig eingesetzt, und dienen damit gegebenenfalls neben der Fluidgleichverteilung auch zum „Entspannen“ des
10 in den Reaktionsräumen herrschenden Drucks auf einen Druck, der Komponenten, die den Reaktionsräumen gegebenenfalls nachgeschaltet sind, beispielsweise Multiportventil und/oder Einheit zur Analyse angepasst ist, so soll im erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt ein Druckverlust von mindestens 10 bar erfolgen, bevorzugt von mindestens 20 bar, weiter bevorzugt von Reaktionsraumsdruck auf
15 Umgebungsdruck.

Pluralitäten von Restriktoren werden bevorzugt entsprechend ihrer funktionalen Zusammengehörigkeit als „Sets“ (oder „Gruppen“) gruppiert. Ein Set ist dabei bevorzugt eine Pluralität von mindestens zwei Restriktoren, die räumlich zusammen
20 gehören können oder auch nicht, die aber in jedem Fall innerhalb der erfindungsgemäßen Vorrichtung die gleiche Funktionalität aufweisen. So stellen beispielsweise alle eingangs- oder alle ausgangsseitig zu den Reaktionsräumen, oder zu Teilmengen von Reaktionsräumen, gehörigen Restriktoren ein solches Set dar. Entsprechend gibt es ein Set von Restriktoren, die jeweils zur Eduktflüssigkeits-
25 zufuhr oder zur Regelfluidzufuhr oder zur Haltegaszufuhr gehören.

Als Restriktoren im Sinne der vorliegenden Erfindung können beispielsweise Metallplatten mit Bohrungen, Sintermetallplatten, Lochblenden („pinholes“), mikrogefräste Kanäle („micromachined channels“) und/oder Fritten (poröse Materialien, insbesondere gesinterte Kermaikfritten) vorgesehen sein. Diese sollen den
30 Fluss des einströmenden Fluides kontrollieren und eine weitgehende Gleichverteilung der einströmenden Fluide über die einzelnen Reaktionskanäle hinweg gewährleisten („passive“ Restriktoren).

Eine individuelle, aktive restriktive Flußkontrolle, die vorzugsweise automatisiert verläuft, ist durch den Einsatz eines Regelventils, beispielsweise eines Nadelventils, oder eines Massendurchflussreglers (siehe unten) möglich.

5

Ein besonders bevorzugter Restriktor im Sinne der vorliegenden Erfindung ist eine Kapillare. Bezüglich der Ausgestaltung einer Kapillare wird auf die unten angegebene Offenbarung in Zusammenhang mit „Verbindungen“ Bezug genommen.

10

Der Innendurchmesser einer Kapillare im Sinne der vorliegenden Erfindung reicht bevorzugt, wenn die Kapillare von einem Gas durchflossen wird, von $5\text{ }\mu\text{m}$ bis $500\text{ }\mu\text{m}$, weiter vorzugsweise von $25\text{ }\mu\text{m}$ bis $200\text{ }\mu\text{m}$. Falls die Kapillare, zumindest zeitweise, von einer Flüssigkeit durchströmt wird, so sind auch Innendurchmesser von $5\text{ }\mu\text{m}$ bis 1 mm , vorzugsweise von $100\text{ }\mu\text{m}$ bis $500\text{ }\mu\text{m}$ möglich. Unabhängig davon, ob die Kapillare von einer Flüssigkeit oder von einem Gas durchströmt wird, soll die Länge der Kapillare von 1 mm bis zu einem Meter reichen, vorzugsweise von 5 cm bis zu 50 cm .

20 Kapillaren sind deshalb besonders bevorzugt, weil sich durch diese ein gewünschter Strömungswiderstand apparativ vergleichsweise einfach einstellen läßt. Dies läßt sich exemplarisch anhand der dem Fachmann bekannten Hagen-Poiseuille Gleichung zeigen. Diese Gleichung besagt, dass für Rohre (Kapillaren) mit einem Radius R und einer Länge L der beim Durchströmen mit einem Fluid entstehende Druckverlust (entspricht dem Strömungswiderstand) einfach proportional ist zur Länge L (d.h. der Druck fällt im wesentlichen linear ab mit zunehmender Länge der Kapillare), einfach proportional ist zum Gas-Volumenstrom (d.h. der Druck fällt linear ab mit ansteigendem Gas-Volumenstrom) sowie umgekehrt proportional ist zur Vierten Potenz des Radius' der Kapillare (d.h. der Druck fällt mit der Vierten Potenz der sich verengenden Kapillare ab).

30

Unter Verwendung eines für katalytische Gasphasenreaktionen realistischen Vorfaktors für die Hagen-Poiseuille Gleichung (in welcher dabei insbesondere der

Gas-Volumenstrom sowie die Gasviskosität eingehen), und bei einer Länge der Kapillare von 50 cm ergibt sich beispielhaft bei einem Innenradius der Kapillare von 2.5 mm ein „Druckverlust“ von ca. 10^{-7} bar. Es ist offensichtlich, dass ein solcher Druckverlust bei einem Eingangsdruck von 1 bar nicht relevant ist, und eine Kapillare mit solchen Abmessungen kein Restriktor im Sinne der vorliegenden Erfindung sein kann. Weist die Kapillare allerdings einen Innendurchmesser von 100 μ m auf, so ergibt sich ein Druckverlust von ca. 0,2 bar, mithin eine Ver-

10 minderung des Eingangsdruckes von 1 bar um 20%. Eine solche Kapillare wäre als Restriktor im Sinne der vorliegenden Erfindung anzusehen. Bezüglich des einschlägigen Fachwissens in diesem Gebiet sei beispielhaft auf Kapitel 5 des Lehrbuches „Strömungslehre“ von Schade und Kunz verwiesen (2. Auflage, Walter Gruyter, Berlin 1989).

15

Die Tatsache, dass die Hagen-Poiseuille Gleichung zur Illustration der Funktionsweise herangezogen wird bedeutet nicht, dass die erfindungsgemäße Vorrichtung mit dieser Gleichung beschrieben werden kann.

20 Unter einem Reaktionsraum im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede geschlossene Einheit zu verstehen, welche zumindest mit einem „Eingang“ zur Zufuhr eines Eduktes und einem „Ausgang“ zur Abfuhr eines Produktes versehen ist. Bezüglich der räumlichen Ausgestaltung des Reaktionsraumes bestehen keine Beschränkungen.

25

Erfindungsgemäß können bei Vorliegen von mehr als vier Reaktionsräumen alle in der Vorrichtung vorhandenen Reaktionsräume bevorzugt auch zu Teilmengen gruppiert sein, die reaktionstechnisch unterschiedlich behandelt werden können, beispielsweise zu einer jeweils anderen Edukt-/Haltegas-/Regelfluid-/Eduktflüssigkeitszufuhr gehören können. Pro Teilmenge liegen bevorzugt zu-

30 mindest zwei Reaktionsräume vor.

Bevorzugt weist der Reaktionsraum ein Volumen von 0,1 ml bis 50 ml auf, weiter bevorzugt von 0,5 ml bis 20 ml, weiter bevorzugt von 0,5 ml bis 2 ml.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Reaktionsräume nach Art eines Rohrreaktors (Rohrbündelreaktors) als Reaktionskanäle ausgebildet. Diese Reaktionskanäle sind vorzugsweise rohrförmig, weiter bevorzugt durchgehend und insbesondere rohrförmig und durchgehend. Die Reaktionsrohre/kanäle können Anschlüsse („fittings“) zum Anschluss an weitere Komponenten der Vorrichtung aufweisen. Solche Anschlüsse sind in vielen Variationen kommerziell erhältlich und dem Fachmann wohl bekannt.

- 15 Die Reaktionskanäle können über einen Einsatz beliebiger Ausgestaltung verfügen, der zur Aufnahme von festen Stoffen (Katalysatoren), beispielsweise in Form von Pulvern oder porösen Schüttungen bzw. von Formkörpern geeignet ist. Darüber hinaus ist es auch möglich, die Wände der Reaktionskanäle mit Substanzen, z.B. einer katalytisch aktiven Substanz zu beschichten. In diesem Zusammenhang wird der diesbezügliche Offenbarungsgehalt der DE 198 09 477 vollumfänglich in die vorliegende Anmeldung einbezogen. Als Einsätze zur Aufnahme von festen Substanzen (Pulver, Formkörper) kommen bevorzugt Netze, durchlässige Materialien, Fritten oder Membranen zum Einsatz. Auch der Einsatz von Quarzwolle ist denkbar.

- 25 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können in die Reaktionsräume spezifisch angepasste Innenrohre z. B. mit Katalysatorstühlen eingesetzt werden, die einen Transfer der Katalysatorproben in den Reaktorraum erleichtern („liner“). In diesem Zusammenhang wird der diesbezügliche Offenbarungsgehalt der DE 100 36 633 vollumfänglich in die vorliegende Anmeldung einbezogen.

- 30 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform sind die Reaktionsräume/Reaktionskanäle in einen massiven Körper beliebiger Geometrie eingebracht (bevorzugt: Scheibe, Quader, Kubus, Rundkörper), wobei zumindest zwei Reaktionsräume Bestandteil desselben massiven Körpers sind.

Der in der vorliegenden Erfindung verwendete Begriff „reaktionsraumeingangsseitig“ bezieht sich dabei, sofern nicht anders vermerkt, auf den Teil des Reaktionsraumes, der, in Flußrichtung des zumindest einem Eduktes gesehen, stromaufwärts liegt. Entsprechend bezieht sich „reaktionsraumsausgangsseitig“, sofern nicht anders vermerkt, auf den Teil des Reaktionsraumes, der, in Flußrichtung des Eduktes gesehen, stromabwärts liegt.

Erfindungsgemäß ist es möglich, dass mehrere Eingänge und/oder mehrere Ausgänge pro Reaktionsraum vorliegen.

Parallele Reaktionsräume oder Parallelreaktoren im Sinne der vorliegenden Erfindung liegen vor, wenn die Zahl der Reaktionsräume, welche reaktionsraumeingangsseitig mit der gemeinsamen Eduktzufuhr verbunden sind, größer oder gleich ist als/wie 2, bevorzugt größer als 3, weiter bevorzugt größer als 7. Wenngleich bezüglich der Zahl der parallelen Reaktionsräume prinzipiell keine Beschränkung besteht, außer dass diese zumindest zwei betragen muss, so sind doch genau oder mehr als 16, 32, 48 oder 96 parallele Reaktionsräume bevorzugt.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird bevorzugt mindestens eine Substanz, die sich im Reaktionsraum befindet, mit mindestens einem Eduktfluid in Kontakt gebracht. Bezüglich dieser Substanz(en) besteht keine Beschränkung. Bevorzugt wird allerdings ein Katalysator eingesetzt, der weiter bevorzugt in fester Form (beispielsweise als Pulver, Schüttung oder als an den Wänden des Reaktionsraumes abgeschiedener Film) vorliegt. Neben diesem Katalysator können beliebige weitere Substanzen im Reaktionsraum vorliegen, beispielsweise weitere Reaktionspartner oder Inertstoffe.

Eine Verbindung im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Mittel, welches eine fluidische Kommunikation zwischen zwei Punkten innerhalb der Vorrichtung erlaubt, und die nach außen (außerhalb der Vorrichtung) bezüglich des Austausches von Stoffen abgeschlossen ist. Bevorzugt ist die Verbindung dabei fluiddicht, weiter bevorzugt fluiddicht auch bei hohen Drucken. Weiter bevorzugt er-

folgt die Verbindung über die unten beschriebenen Kanäle, Rohre oder Kapillaren.

- 5 Der Begriff "Kanal" im Sinne der vorliegenden Erfindung beschreibt eine durch einen Körper, bevorzugt einen massiven Körper, beliebiger Geometrie, bevorzugt einen Rundkörper, einen Quader, eine Scheibe oder eine Platte, hindurchlaufende Verbindung zweier an der Körperoberfläche vorliegender Öffnungen, die insbesondere den Durchtritt eines Fluids durch den Körper erlaubt.

10

Ein „Rohr“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist ein Kanal, bei welchem ein durchgehender Hohlraum gebildet wird, und die Geometrie der Außenseite des Rohres im wesentlichen der den Hohlraum definierenden Geometrie der Innenseite folgt.

15

Eine Kapillare kann im wesentlichen als ein Spezialfall eines Rohres angesehen werden, mit dem Unterschied, dass in einer Kapillare – gemäß der oben bezüglich „Restriktoren“ gegebenen Vorgaben – bestimmte Dimensionen erfüllt sein müssen. Eine Kapillare im Sinne der vorliegenden Erfindung kann gleichzeitig als

20 „Verbindung“ und als „Restriktor“ fungieren.

25

Kanal, Rohr oder Kapillare können vorliegend eine beliebige Geometrie aufweisen. Bezüglich des von Kanal, Rohr oder Kapillare im Inneren gebildeten Hohlraums kann eine über die Länge von Kanal, Rohr oder Kapillare veränderliche Querschnittsfläche oder vorzugsweise eine konstante Querschnittsfläche vorliegen.

30

Der Innenquerschnitt kann beispielsweise einen ovalen, runden oder polygonalen Umriß mit geraden oder gebogenen Verbindungen zwischen den Eckpunkten des Polygons aufweisen. Bevorzugt sind ein runder oder ein gleichseitiger polygonaler Querschnitt.

Unter einem „Haltegas“ (holding gas) im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Gas zu verstehen, mit welchem die Ausgangsseiten der zumindest zwei Reaktionsräume über eine gemeinsame Haltegaszufuhr beaufschlagt werden können.

5

Als Haltegas kann jedes Gas oder jede Gasmischung eingesetzt werden, das oder die mit den aus dem Reaktionsraum fließenden Produkten sowie den Materialien der Vorrichtung, mit denen es in Berührung kommt, nicht reagiert, oder nur so reagiert, dass die zu untersuchende Reaktion nicht wesentlich beeinträchtigt wird.

10 Bevorzugt wird als Haltegas ein inertes Gas oder eine inerte Gasmischung eingesetzt. Besonders bevorzugt sind Stickstoff, sowie die Edelgase des Periodensystems der chemischen Elemente, sowie sämtliche Mischungen hiervon.

15 Der erfindungsgemäße Zweck des Haltegases ist es, Volumenschwankungen in den einzelnen Reaktionsräumen beim Vorliegen zumindest einer nicht volumenkonstanten Reaktion in zumindest einem der Reaktionsräume zu vermeiden oder zumindest zu minimieren.

Eine gemeinsame „Haltegaszufuhr“ im Sinne der vorliegenden Erfindung umfaßt
20 zumindest die folgenden Komponenten:

- (i) zumindest eine Versorgungseinheit für das Haltegas,
- (ii) zumindest einen Durchflussmesser,
- (iii) zumindest einen Druckregler.

25

Unter einer gemeinsamen Haltegaszufuhr ist zu verstehen, dass jeder der zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräume mit derselben Haltegaszufuhr verbunden ist. Es ist darüber hinaus auch denkbar, mehr als eine Haltegaszufuhr zu verwenden, unter der Maßgabe, dass die Reaktionsräume und die
30 Haltegaszufuhren bevorzugt miteinander in stofflicher Verbindung stehen.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Haltegaszufuhr einschließlich aller Verbindungen zu den Reaktionsräumen für alle bei den spezifischen chemischen Reaktionen herrschenden Drucke fluiddicht ausgeführt.

5

Eine Druckhaltung über einen Druckregler (siehe unten) stellt in einer bevorzugten Ausführungsform sicher, dass der Druck des zumindest einen Haltegases – im Rahmen gegebenenfalls vorgegebender Schwellenwerte – bei einem konstanten Wert p_2 gehalten wird.

10

Damit ein Edukt, insbesondere ein Eduktgas, entgegen dem Haltegas in die Reaktionsräume einfließen kann, ist der Druck p_2 des Haltegases kleiner als der Flüssigkeits- oder Gasdruck p_1 des Edukts zu halten.

15

In einer bevorzugten Ausführungsform umfaßt die gemeinsame Haltegaszufuhr, wie oben bereits offenbart einen Durchflussmesser. Es ist weiter bevorzugt, dass die Versorgungseinheit für das Haltegas, der Massenflussregler sowie gegebenenfalls ein Durchflussmesser, alle entlang einer gasdichten Verbindung angeordnet sind, und zwar in der vorstehend angegebenen Reihenfolge.

20

Stromabwärts im Sinne des Haltegasflusses nach dem Massendurchflussregler verzweigt die Verbindung, bevorzugt über Knoten/Mischpunkte, in eine Pluralität von Verbindungen, die dann jeweils über Knoten/Mischpunkte in die von den Reaktionsraumsausgängen kommenden Verbindungen münden, und zwar jeweils pro einzeltem Reaktionsraum. Es ist auch möglich, die Pluralität von haltegasseitigen Verbindungen direkt in die Reaktionsräume einzuführen.

25

Unter einem Knoten/Mischpunkt im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede Verbindung zwischen einem Rohr, Kanal oder einer Kapillare mit zumindest einem weiteren Rohr, Kanal oder einer Kapillare zu verstehen. Bezüglich der baulichen Ausgestaltung eines solchen Knotens/Mischpunktes bestehen keine prinzipiellen Beschränkungen. Bevorzugt weist der Knoten/Mischpunkt ein geringes Totvolumen auf und gewährleistet ein gutes Durchmischen der zusammenströmenden Fluide. Bevorzugt werden „T“-förmige oder „Y“-förmige Knoten eingesetzt.

30

Das „Einführen“ welches an den Knoten/Mischpunkten zwischen den Kanälen/Rohren/Kapillaren erfolgt, wird bevorzugt über handelsübliche „fittings“ realisiert, die dem Fachmann in ihrer gesamten Breite bekannt sind. Neben solchen
5 lösbaren Verbindungen ist es auch denkbar die im Knoten/Mischpunkt zusammenkommenden Kanäle/Rohre/Kapillaren dauerhaft zu verbinden, beispielsweise durch Verschweißen.

Unter einem „Regelfluid“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Gas oder
10 jede Flüssigkeit, oder jede Mischung hiervon, zu verstehen, mit welchem/welcher die Produktflüsse aus zumindest zwei Reaktionsräumen über eine gemeinsame Regelfluidzufuhr beaufschlagt werden können.

Als Regelfluid kann jedes Fluid oder jede Fluidmischung eingesetzt werden, das
15 oder die mit den aus dem Reaktionsraum fließenden Produkten sowie den Materialien der Vorrichtung, mit denen es in Berührung kommt, nicht reagiert, oder nur so reagiert, dass die zu untersuchende Reaktion nicht wesentlich beeinträchtigt wird.

20 Das Regelfluid kann dabei entweder flüssig oder gasförmig sein. Handelt es sich bei den Reaktionen im Reaktionsraum um Gasphasenreaktionen, so ist als Regelfluid ein Regelgas bevorzugt. Wird im Reaktionsraum eine Flüssigphasenreaktion durchgeführt, so wird entsprechend eine Regelflüssigkeit bevorzugt.

25 Ist das Regelfluid ein Gas, so gilt die oben angegebene Offenbarung bezüglich des Haltegases entsprechend. Als inerte Flüssigkeiten werden Wasser und Lösungsmittel sowie auch höherviskose oder nicht-Newtonsche Flüssigkeiten wie beispielsweise inerte Öle bevorzugt. Überkritische Gase werden für die Zwecke der vorliegenden Erfindung auch als Flüssigkeiten angesehen.

30

Eine gemeinsame Regelfluidzufuhr im Sinne der vorliegenden Erfindung umfasst zumindest:

- (i) zumindest eine Versorgungseinheit für das Regelfluid,
 - (ii) zumindest einen Massendurchflussregler,
 - (iii) stromabwärts (bezogen auf die Flussrichtung des Regelfluides) des
- 5 Massendurchflussreglers jeweils einen Restriktor pro Verbindung von der Regelfluidzufuhr zu den Reaktionsräumen.

Unter einer gemeinsamen Regelfluidzufuhr ist zu verstehen, dass jeder von zu-
mindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen mit derselben
10 Regelfluidzufuhr verbunden ist. Es ist darüber hinaus auch denkbar, mehr als eine
Regelfluidzufuhr zu verwenden, unter der Maßgabe, dass die Reaktionsräume und
die Regelfluidzufuhren bevorzugt miteinander in stofflicher Verbindung stehen.

In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Regelfluidzufuhr einschließlich
15 aller Verbindungen zu den Reaktionsräumen für alle bei den spezifischen chemi-
schen Reaktionen herrschenden Drucke fluiddicht ausgeführt.

Ein „Durchflussmesser“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Bauteil,
welches den Fluidfluss, beispielsweise den gesamten Gasfluss eines Haltegases
20 messen kann. Solche Bauteile sind dem Fachmann auch als „flow indicator“
(„FI“) bekannt. Durchflussmesser, die auf einem thermischen Verfahren beruhen
sind dabei bevorzugt.

Ein „Druckregler“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jedes Bauteil, welches
25 den Druck eines Fluids messen und, nach Vergleich mit einem vorgegebenen
Soll- oder Schwellenwert, gegebenenfalls einregeln kann. Solche Bauteile sind
dem Fachmann auch als „pressure indicator control“ („PIC“) bekannt.

Unter einem „Massendurchflussregler“ (mass flow controller) im Sinne der vor-
30 liegenden Erfindung ist jeder Meß- und Regelkreis zu verstehen, mit Hilfe dessen
der Fluss eines Fluides gemessen, und gegebenenfalls nach Vergleich mit einem
Sollwert, variabel eingestellt werden kann. Ein Massendurchflussregler kann als
ein aktiver Restriktor im oben beschriebenen Sinn angesehen werden. Ein

Massendurchflussregler ist dem Fachmann auch als „FIC“ (flow indicator control) bekannt. Massendurchflussregler im Sinne der vorliegenden Erfindung können sowohl für Flüssigkeiten als auch für Gase eingesetzt werden. Bevorzugt werden
5 solche Massendurchflussregler eingesetzt, die auf einem thermischen Messprinzip beruhen.

In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung werden die Produkte reaktionsraumsausgangsseitig über Kanäle/Rohre/Kapillaren aus
10 dem Reaktionsraum ausgeleitet. Diese Kanäle/Rohre/Kapillaren sind, wie oben erwähnt, gegebenenfalls über einen Knoten/Mischpunkt mit der (den Reaktionsräumen) gemeinsamen Haltegaszufuhr verbunden. Stromabwärts (im Sinne der Flussrichtung des zumindest einen Produktes) von diesen Knoten/Mischpunkten befindet sich pro mit dem Reaktionsraum verbundenen Kanal/Rohr/Kapillare ein
15 reaktionsraumsausgangsseitiger Restriktor. Der Zweck dieses Restriktors ist, einen Strömungswiderstand zu induzieren, der das Produkt so weit „entspannt“, dass gegebenenfalls gegen hohen Druck empfindliche Bauteile nachgeschaltet werden können, insbesondere Multiportventile, sowie zumindest eine Einheit zur Analyse.

20

Unter einem „Multiportventil“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede Ventilschaltung zu verstehen, welcher über Verbindungen die Produkte aus zumindest zwei Reaktionsräumen, bevorzugt aus zumindest vier, weiter bevorzugt aus zumindest acht Reaktionsräumen stofflich getrennt zugeleitet werden. Die Ventil-
25 schaltung kann alle Produkte simultan oder getrennt an zumindest eine Einheit zur Analyse weiterleiten oder alle Produkte simultan oder getrennt an eine Abfuhreinrichtung entlüften. In der erfindungsgemäßen Vorrichtung (und im zugehörigen Verfahren) kann eine beliebige Anzahl parallelgeschalteter Multiportventile eingesetzt werden, die ihrerseits jeweils mit einer beliebigen Zahl an Reaktionsräumen verbunden sein können.
30

Unter einem „Gas-Fest-Flüssig-Reaktor“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jeder Reaktor zu verstehen, der über zumindest zwei kontinuierliche und zugleich

über zumindest eine stationäre Phase verfügt. Als kontinuierliche Phasen sind dabei mindestens eine Gasphase sowie mindestens eine flüssige Phase bevorzugt.

- 5 Als stationäre Phase ist eine feste Phase bevorzugt. Reaktionstechnisch wird dieser Reaktor bevorzugt als „trickle bed reactor“ ausgestaltet.

Unter einer „Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung“ im Sinne der vorliegenden Erfindung ist jede gegenständliche Einheit zu verstehen, mit Hilfe derer es möglich ist, 10 zumindest eine flüchtige, bevorzugt eine gasförmige, Substanz zumindest teilweise von einer flüssigen Phase abzutrennen. Dabei sind alle dem Fachmann der Chemischen Technik bekannten Abscheider und Kondensatoren bevorzugt.

Das Volumen der Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung beträgt vorzugsweise 2 ml 15 bis 150 ml, weiter bevorzugt 10 ml bis 70 ml. Dabei ist es besonders bevorzugt, wenn das Totvolumen möglichst gering gehalten werden kann.

Am Boden der Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung befindet sich bevorzugt ein Mittel zur Flüssigkeitsableitung, bevorzugt ein Ventil und weiter bevorzugt ein 20 automatisch geregeltes Ventil. Ausgangsseitig führt das Mittel zur Flüssigkeitsableitung bevorzugt zu einer Flüssigkeitverwertung. Dabei bedeutet „verwerten“ beispielsweise entsorgen, weiterverarbeiten oder analysieren.

Sämtliche in der erfindungsgemäßen Vorrichtung verwendeten Bauteile/Elemente 25 können optional gekühlt oder geheizt werden. Hierfür sind entsprechende Temperaturregelungselemente (Heizung/Kühlung) vorgesehen. Bezüglich der Auswahl der Temperaturregelungselemente, d.h. der Elemente welche eine Temperatur messen und über einen Regelkreis eine Heizung/Kühlung ansteuern, um gegebenenfalls einen vorgegebenen Sollwert zu erreichen, bestehen keinerlei Beschränkungen. Bezüglich der Heizung von parallelen Reaktoren ist der diesbezügliche 30 Offenbarungsgehalt der US 2003/0159530 vollumfänglich einzubeziehen.

Bevorzugt ist es vorliegend, dass in der erfindungsgemäßen Vorrichtung unterschiedliche Temperaturzonen vorliegen. Dies bedeutet insbesondere, dass jedes einzelne Element der erfindungsgemäßen Vorrichtung, wie es unten in der Liste der Bezugszeichen angegeben ist, relativ zu jedem anderen Element der Vorrichtung, wie in der Liste der Bezugszeichen angegeben, in einer anderen Temperaturzone liegen kann.

Bezüglich des Reaktionsraums ist es bevorzugt, dass die Reaktionsraumsausgangs- und die Reaktionsraumseingangsbereiche auf einer niedrigeren Temperatur liegen als die eigentliche (heiße) Reaktionszone innerhalb eines Reaktionsraumes. Durch dieses Temperaturprofil ergeben sich reaktionsraumseingangs- und ausgangsseitig geringere thermische Belastungen, und es können zum Anschluss der erfindungsgemäßen Verbindungen, beispielsweise zur Edukt- und zur Haltegaszufuhr, Standard-Fittings und Standard-Dichtungen verwendet werden.

Dabei ist es weiterhin wesentlich und bevorzugt, dass Sets von Restriktoren (reaktionsraumsausgangs- und eingangsseitig, zur Regelfluidzufuhr gehörend etc.) jeweils auf der gleichen Temperatur sind. Dies ist besonders wesentlich, da die Funktionsweise von Restriktoren stark von den Stoffeigenschaften der sie durchströmenden Fluide abhängt. Diese Stoffeigenschaften der Fluide, und dabei insbesondere deren Viskosität und deren Volumenstrom, hängen gegebenenfalls stark von der Temperatur ab. Unterschiedliche Temperaturen in unterschiedlichen Restriktoren können somit zu unterschiedlichen Druckverlusten führen und damit die Vergleichbarkeit der Reaktionen gefährden.

Besonders bevorzugt ist es, dass sich Sets von Restriktoren innerhalb des Sets auf der gleichen Temperatur, vis-à-vis anderer Sets aber auf unterschiedlichen Temperaturen befinden. Dabei bedeutet eine „gleiche“ Temperatur, dass die Temperatur nicht mehr als ± 5 K variieren soll, bevorzugt nicht mehr als ± 1 K.

In einer bevorzugten Ausführungsform befindet sich die Einheit zur Analyse stromabwärts (im Sinne des Produktflusses) der oben beschriebenen reaktions-

raumsausgangsseitigen Restriktoren, weiter bevorzugt stromabwärts eines gleichfalls oben beschriebenen zumindest einen Multiportventils.

- 5 Bezüglich der Analysemethoden, welche in der Einheit zur Analyse eingesetzt werden, existieren prinzipiell keine Beschränkungen. Bevorzugt sind Infrarot-Thermographie, vorzugsweise in Kombination mit Massenspektroskopie, Massenspektroskopie, GC, LC, HPLC, Mikro-GC, dispersive FT-IR-Spektroskopie, Ramanspektroskopie, NIR, UV, UV-VIS, NMR, GC-MS, Infrarot-
10 Thermographie/Ramanspektroskopie, Infrarot-Thermographie/dispersive FT-IR-Spektroskopie, Farbdetektion mit chemischem Indikator/MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/GC-MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/dispersive FT-IR-Spektroskopie, sowie photoakustische Analyse, sowie jede Kombination der vorstehend genannten Analysemethoden.

15

Eine erfindungsgemäße Einheit zur Analyse wird bevorzugt zusammen mit einem oder mit mehreren Multiportventil(en) eingesetzt. Im Folgenden sollen ausgewählte Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung anhand von Prinzipskizzen exemplarisch erläutert werden. Dabei zeigen:

20

FIG. 1 zeigt in einer Prinzipskizze eine Vorrichtung zum parallelen Testen von chemischen Reaktionen, insbesondere von Katalysatoren, wie sie prinzipiell aus dem Stand der Technik bekannt ist.

25

FIG. 2 zeigt in einer Prinzipskizze eine Ausführungsform für eine Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, umfassend eine Haltegaszufuhr.

30

FIG. 3 zeigt in einer Prinzipskizze eine Ausführungsform für eine Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, umfassend eine Haltegaszufuhr sowie eine Regelfluidzufuhr.

FIG. 4 zeigt in einer Prinzipskizze eine Ausführungsform für eine Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, umfassend eine Haltegaszufuhr, eine Regel-

fluidzufuhr sowie eine zur Eduktzufuhr parallele Flüssigkeitseinspeisung mit reaktionsraumsausgangsseitiger Flüssig-Gas-Trennung.

- 5 FIG. 5 zeigt in einer Prinzipskizze die gleiche Ausführungsform wie in Figur 4, allerdings mit zusätzlich angedeuteten Bereichen unterschiedlicher Temperatur.

FIG. 6 zeigt den natürlichen Logarithmus der Raumzeitausbeute als Funktion der inversen Temperatur für eine Reaktion gemäß Ausführungsbeispiel.

10

FIG. 7 zeigt die Produktselektivität, bezogen auf verschiedene Kohlenwasserstoffe, als Funktion des CO-Umsatzes (zum Ausführungsbeispiel).

15

FIG 8 zeigt die Kohlenwasserstoff-Selektivitäten als Funktion der Versuchsdauer (zum Ausführungsbeispiel).

20

Figur 1 zeigt in einer Prinzipskizze eine Vorrichtung zum parallelen Testen von chemischen Reaktionen, insbesondere unter Verwendung von Katalysatoren, wie sie prinzipiell aus dem Stand der Technik bereits bekannt ist. Dabei wird ein Eduktfluid, beispielsweise ein Eduktgas, aus einer Versorgungseinheit (10) über einen Druckregler (11), hier realisiert als Druckmessung mit Rückkopplung zu einem Ventil, in ein Manifold aus Verbindungen (12) eingespeist, welches vorliegend die allen Reaktionsräumen gemeinsame Eduktzufuhr darstellt.

25

Eingangsseitig zu den (hier acht) Reaktionsräumen (20), und als Bestandteil der Verbindungen von den besagten Reaktionsräumen zur gemeinsamen Eduktgaszufuhr (12), ist eine Pluralität von Restriktoren (15) vorgesehen, und zwar genau ein Restriktor pro Verbindung zum Eingang eines Reaktionsraumes.

30

Im Reaktionsraum befindet sich vorliegend eine Katalysatorschüttung (21).

Reaktionsraumsausgangsseitig werden die Produkte, die jeweils aus den Reaktionsräumen ausfließen, über Verbindungen (27) zu einem Multiportventil (30)

geleitet. Die Verbindungen enthalten reaktionsraumsausgangsseitig jeweils einen Restriktor (25). Somit liegt insgesamt eine Pluralität von acht Restriktoren vor. Werden, wie vorliegend, zwei Sets von Restriktoren verwendet, und zwar eines
5 vor den Reaktionsräumen, und eins danach, so dienen die reaktionsraumseingangsseitigen Restriktoren bevorzugt zur Gleichverteilung des Eduktfluides, wohingegen die reaktionsraumsausgangsseitigen Restriktoren die Produktströme vom Reaktordruck auf einen für das Multiportventil geeigneten Druck, typischerweise Umgebungsdruck, entspannen.

10 Das Multiportventil schaltet die Produktströme aus den Reaktionsräumen wahlweise auf eine Ableitung (45) zur Abfuhr oder auf eine Ableitung zur Einheit zur Analyse (40). Der Einheit zur Analyse ist ein Durchflussmesser (41) vorgeschaltet.

15 Figur 2 zeigt in einer Prinzipskizze eine Ausführungsform für eine Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, welche, im Gegensatz zum Stand der Technik, eine allen Reaktionsräumen Haltegaszufuhr (52) aufweist. Diese Haltegaszufuhr, deren prinzipieller Umfang durch gestrichelte Kästchen angedeutet ist, umfaßt vorliegend eine Versorgungseinheit für das Haltegas (50) sowie einen Druckregler für das Haltegas (51).
20

Die gemeinsame Haltegaszufuhr verzweigt sich in so viele Verbindungen (53) zu den Reaktionsräumen wie es Reaktionsräume gibt, vorliegend also acht. Diese
25 Verbindungen (53) kommen mit den Verbindungen (27) von den Reaktionsräumen (20) zum Multiportventil (30) in jeweils einem Knoten/Mischpunkt (54) zusammen. Diese Knoten liegen jeweils stromaufwärts von den Restriktoren (25), und zwar stromaufwärts in der Stromrichtung der aus den Reaktionsräumen ausfließenden Produktflüsse.

30 Die anderen Komponenten der hier beispielhaft angegebenen erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechen in Funktion und Bezugszeichen den in Figur 1 beschriebenen Komponenten.

Figur 3 zeigt in einer Prinzipskizze eine Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung, umfassend eine Haltegaszufuhr (52) und zusätzlich eine Regelfluidzufuhr (62). Diese Regelfluidzufuhr (62), die wiederum umfaßt vorliegend
5 eine Versorgungseinheit für das Regelfluid (60) sowie einen Massendurchflußregler für das Regelfluid (61).

Die gemeinsame Regelfluidzufuhr verzweigt sich in so viele Verbindungen zu den Reaktionsräumen (63) wie es Reaktionsräume gibt, vorliegend also acht. Diese
10 Verbindungen kommen mit den Verbindungen (27) von den Reaktionsräumen (20) zum Multiportventil (30) in jeweils einem Knoten/Mischpunkt zusammen. Diese Knoten liegen jeweils stromaufwärts von den Restriktoren (25), und zwar stromaufwärts in der Stromrichtung der aus den Reaktionsräumen ausfließenden Produktflüsse. Vorliegend befinden sich diese Knoten auch stromaufwärts (im
15 gerade definierten Sinn) von den Knoten (54) der gemeinsamen Haltegaszufuhr. Im Sinne der vorliegenden Erfindung könnten die Knoten zur Regelfluidzufuhr auch mit den Knoten (54) zusammenfallen.

Wesentlich für die Funktionsweise der Regelfluidzufuhr ist es, dass der Fluss des
20 aus der Versorgungseinheit für das Regelfluid kommenden Regelfluides in möglichst gleichen Anteilen auf die (hier acht) Verbindungen aufgeteilt wird, die letztlich auf die zu regelnden Ströme aus den Reaktionsräumen treffen. Diese Gleichverteilung wird durch die Restriktoren der Regelfluidzufuhr (65) bewirkt, welche vorliegend ein Bestandteil der Verbindungen (63) sind. Dabei liegt pro
25 Reaktionsraum jeweils ein Restriktor (63) vor.

Die anderen Komponenten der hier beispielhaft angegebenen erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechen in Funktion und Bezugszeichen den in Figur 2 beschriebenen Komponenten.

Figur 4 zeigt in einer Prinzipskizze eine Ausführungsform für eine Vorrichtung gemäß der vorliegenden Erfindung umfassend eine Haltegaszufuhr (52), eine Regelfluidzufuhr (62) sowie eine zur Eduktzufuhr (12) parallele gemeinsame Edukt-
30

flüssigkeitszufuhr (72) mit reaktionsraumsausgangsseitigen Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung (80).

5 Im Unterschied zu den zuvor beschriebenen Ausführungsformen befindet sich in dieser Ausführungsform reaktionsraumseingangsseitig parallel zur gemeinsamen Eduktzufuhr (12) eine allen Reaktionsräumen gemeinsame Eduktflüssigkeitszufuhr (72). Diese umfaßt vorliegend eine Versorgungseinheit für Eduktflüssigkeit (70) sowie einen Massendurchflussregler für Eduktflüssigkeit (71). Auch bezüglich
10 lich der Eduktflüssigkeit wird die Aufteilung in acht gleiche Flüsse durch Restriktoren (73) erreicht, die den acht Eingängen zu den Reaktionsräumen vorgeschaltet sind.

Die Reaktionsräume sind in dieser Ausführungsform als Gas-Flüssig-Fest Reaktoren (20') ausgelegt, d.h. auf eine
15 feste Katalysatorschüttung (21) wird die Eduktflüssigkeit aus (70) eingebracht, sowie simultan das Edukt, hier ein Gas, aus (10) eingespeist. Als Reaktionsprodukt liegt in diesem Fall eine flüssige Phase neben einer Gasphase vor, wobei die flüssige Phase teilweise Gas gelöst enthalten kann. In jedem Fall ist deshalb eine
20 Gas-Flüssig-Trennung nötig.

Die Produktströme aus den acht Reaktionsräumen werden demzufolge über Verbindungen (81) in acht Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung (80) (Abscheider) eingetragen. Dort kann die Flüssigkeit über ein Ventil (83) abgeführt und gegebenenfalls weiterverarbeitet werden. Das von der Flüssigkeit befreite Reaktionsgas
25 wird über die Reaktionsgasableitung (82) der Einheit zur Analyse zugeführt.

Über diese Produktgasableitung (82) wird zudem Haltegas aus der gemeinsamen Haltegaszufuhr (52) zugeführt, und zwar über Verbindungen (53'). In dieser Anordnung gleicht das Haltegas nicht nur, wie in den vorstehend beschriebenen Ausführungsformen, Volumenschwankungen in den Reaktionsräumen aus, sondern stabilisiert gegebenenfalls auch die Viskosität des Produktgases, so dass die Restriktoren (25'), die der Zufuhr zur Einheit zur Analyse (40) [mit Multiportventil
30

(30)] vorgeschaltet sind, bestimmungsgemäß wirken können. Weiterhin ist zu bemerken, dass die Regelfluidzufuhr (62) in dieser Anordnung nicht nur, wie in den vorstehend beschriebenen Ausführungsformen, zur Regelung der Flüsse durch die Reaktionsräume dient, sondern, falls als Regelfluid ein Gas eingesetzt wird, auch als „Strip-Gas“ wirken kann, d.h. die Gas-Flüssig-Trennung in (80) unterstützen kann.

Die anderen Komponenten der hier beispielhaft angegebenen erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechen in Funktion und Bezugszeichen den in Figur 3 beschriebenen Komponenten.

Figur 5 zeigt in einer Prinzipskizze die gleiche Ausführungsform wie Figur 4, allerdings mit zusätzlich gepunktet angedeuteten Bereichen unterschiedlicher Temperatur. Im Rahmen der erfindungsgemäßen Vorrichtung liegen Restriktoren jeweils als Sets vor, die jeweils die gleiche Aufgabe erfüllen. So fasst der punktierte Kasten (100) beispielsweise alle Restriktoren zusammen, welche reaktionsraumseingangsseitig zur gemeinsamen Eduktzufuhr gehören. Diese Restriktoren sollen auf einer gesondert geregelten, gegebenenfalls besonders genau einzustellenden, in jedem Fall aber möglichst gleichen Temperatur gehalten werden. So kann gewährleistet werden, dass der Druckabfall im erfindungsgemäßen Verfahren in allen Restriktoren gleich oder ähnlich ist und somit auch die Flüsse gleich oder ähnlich sind.

Analoges gilt für die Restriktoren der Eduktflüssigkeitszufuhr (102), die Restriktoren (106) der Regelfluidzufuhr sowie die produktgasableitungsseitigen Restriktoren (110). Dabei können die Sets von Restriktoren vis-à-vis anderer Sets von Restriktoren durchaus auf verschiedenen Temperaturen liegen.

Neben den Sets an Restriktoren unterliegen insbesondere die Reaktionsräume (20') einer eigenen Temperaturregelung, die hier gegebenenfalls Heizung und Kühlung umfassen kann. Erfindungsgemäß ist dabei die Reaktionszone (104) auf einer deutlich höheren Temperatur, nämlich zumindest zeitweise der Reaktions-

temperatur als der Eingang und der Ausgang der Reaktionsräume. Dies hat den Vorteil, dass an Eingang und Ausgang gegebenenfalls kostengünstige Standardfittings verwendet werden können.

5

Schließlich ist noch die separate Temperaturzone (108) für die Abscheider zu erwähnen, welche typischerweise deutlich kälter sein sollte als der Reaktionsbereich, um die Gas-Flüssig-Trennung zu befördern. Dementsprechend wird die Zone (108) eher weniger stark geheizt werden. Dabei ist es bevorzugt, dass die

10 Zone (108) kälter gehalten wird als die Zone (110) der reaktionsgasableitungsseitigen Restriktoren.

15

Die anderen Komponenten der hier beispielhaft angegebenen erfindungsgemäßen Vorrichtung entsprechen in Funktion und Bezugszeichen den in Figur 4 beschriebenen Komponenten.

Die Figuren 6 bis 8 werden im unten angegebenen Ausführungsbeispiel näher erläutert.

20

Liste der Bezugszeichen für die Figuren:

25

30

- (10) Versorgungseinheit für Edukt
- (11) Druckregler für Edukt
- (12) gemeinsame Eduktzufuhr
- (15) reaktionsraumseingangsseitige Restriktoren
- (20) Reaktionsraum
- (20') Gas-Flüssig-Fest-Reaktor
- (21) im Reaktionsraum befindliche Substanz (Katalysatorschüttung)
- (25) reaktionsraumsausgangsseitige Restriktoren
- (25') reaktionsgasableitungsseitige Restriktoren
- (27) Verbindung (Reaktionsraum - Restriktor - Multiportventil)
- (30) Multiportventil
- (40) Ableitung zur Einheit zur Analyse

- (41) Durchflussmesser
- (45) Ableitung zur Abführeinrichtung
- (50) Versorgungseinheit für Haltegas
- 5 (51) Druckregler für Haltegas
- (52) gemeinsame Haltegaszufuhr
- (53) Verbindung (Haltegaszufuhr – Reaktionsräume)
- (53') Verbindung (Haltegaszufuhr – Reaktionsgasableitung)
- (54) Knoten/Mischpunkt
- 10 (60) Versorgungseinheit für Regelfluid
- (61) Massendurchflussregler für Regelfluid
- (62) gemeinsame Regelfluidzufuhr
- (63) Verbindung (Regelfluidzufuhr – Reaktionsräume)
- (65) Restriktoren der Regelfluidzufuhr
- 15 (70) Versorgungseinheit für Eduktflüssigkeit
- (71) Massendurchflussregler für Eduktflüssigkeit
- (72) gemeinsame Eduktflüssigkeitszufuhr
- (73) Restriktoren der Eduktflüssigkeitszufuhr
- (80) Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung
- 20 (81) Verbindung (Reaktionsraum – Gas-Flüssig-Trennung)
- (82) Reaktionsgasableitung
- (83) Mittel zur Flüssigkeitsableitung
- (84) Ableitung zur Flüssigkeitsverwertung
- (100 – 110) Zonen separat geregelter Temperatur

25

Das im Folgenden angegebene Ausführungsbeispiel soll die erfindungsgemäße Vorrichtung unter Verwendung von den Reaktionsräumen nachgeschalteten Einheiten zur Flüssig-Gas-Trennung (Abscheider), sowie das zugehörige Verfahren beispielhaft, und für ausgewählte Ausführungsformen illustrieren. Durch die speziellen, beispielhaften Angaben soll der allgemeine Offenbarungsgehalt der vor-

30

liegenden Erfindung, wie er in der Beschreibung angegeben ist, in keiner Weise eingeschränkt werden.

Das Ausführungsbeispiel betrifft die Bestimmung von Aktivität, Aktivierungsenergie und Produktselektivität für die Umsetzung von Synthesegas zu Kohlenwasserstoffen unter Verwendung von Fischer-Tropsch-Synthese (FTS) Katalysatoren in parallel geschalteten Reaktionsräumen einer erfindungsgemäßen Vorrichtung. Dabei wird demonstriert, dass die Regelung von Druck, Fluss und Temperatur in parallel geschalteten Reaktionsräumen unter den Bedingungen der Fischer-Tropsch-Synthese gewährleistet ist, sowie reaktionstechnische Größen wie Katalysatoraktivität, Aktivierungsenergie und Produktselektivität bestimmt werden können.

Bei der Fischer-Tropsch-Synthese (FTS) wird Synthesegas, bestehend aus CO und H₂, an heterogenen Katalysatoren zu Kohlenwasserstoffen mit Kohlenstoffzahlen im Bereich von C₁ (Methan) bis C₆₀ umgesetzt. Das Verhältnis von H₂ zu CO im Synthesegas liegt im Bereich von 0.5 bis 2.5 und hängt im wesentlichen vom Herstellungsverfahren und den zur Verfügung stehenden Rohstoffquellen ab.

Typische Katalysatoren für die FTS enthalten beispielsweise Eisen oder Kobalt als Aktivelemente, oxidische Trägermaterialien wie Aluminiumoxid oder Siliziumoxid sowie Promotoren, welche die Reduzierbarkeit der Aktivkomponenten oder die Kinetik bzw. Selektivität der FTS beeinflussen.

Repräsentative, bei 300°C für 3 Stunden in Luft kalzinierte FTS-Katalysatoren wurden in einem mit Wasserstoff durchströmten Festbettreaktor mit 1 K/min auf 350°C erhitzt und für 10 Stunden reduziert. Anschließend wurde der Reaktor unter Wasserstoff auf eine Temperatur kleiner als 50°C abgekühlt und mit Luft passiviert.

Reduzierte und passivierte Katalysatoren wurden anschließend in 16 parallele Reaktionsräume der erfindungsgemäßen Testanlage, welche im wesentlichen der in Figur 4 gezeigten Vorrichtung entspricht (allerdings ohne parallele Eduktflüs-

sigkeitszufuhr), gefüllt. Die Katalysatorschüttung bestand dabei aus einem Festbett von 1 ml des reduziert passivierten Katalysators, homogen gemischt mit bei 1200°C geglühten α -Al₂O₃ (Inertmaterial) im Volumenverhältnis von 1:3.

5

Zur Aktivierung der passivierten Katalysatoren wurde der 16-fach Reaktor unter Wasserstoff in 50 K Schritten und bei Haltezeiten von 2 Stunden auf 150°C erhitzt, und zwar bei einem Reaktordruck von 10 bar und einer volumenbezogenen

10 Raumgeschwindigkeit von 3000 h⁻¹. Anschließend wurde der Reaktor in 10 K Schritten mit Haltezeiten von 2 Stunden bis auf 240°C erhitzt und die Katalysatoren für 12 Stunden aktiviert.

15 Danach wurde der Reaktor auf 180°C abgekühlt und die Reaktionsbedingungen der FTS eingestellt, nämlich Synthesegas mit H₂/CO von 2 und 10 bar Reaktordruck und einer GHSV von ca. 2000 h⁻¹. Die flüssigen und gasförmigen Produkte wurden in Flüssigkeitsabscheidern bei 150°C und Reaktionsdruck getrennt. Die durch das Abreagieren des Synthesegases zu einer Flüssigkeit bewirkte Volumenkontraktion wurde durch ein Haltegas ausgeglichen. Die Zusammensetzung und
20 der Gasfluss der gasförmigen Produkte aus den einzelnen Reaktoren wurden kontinuierlich mit Prozessanalytoren (H₂, CO, CO₂, Gesamtkohlenwasserstoffe) und einem thermischen Massenflussmesser bei Atmosphärendruck und 200°C quantitativ bestimmt. Des weiteren wurde die Zusammensetzung der gebildeten Kohlenwasserstoffe on-line gaschromatographisch bestimmt.

25

Die flüssigen Kohlenwasserstoffe wurden diskontinuierlich nach Reaktionszeiten zwischen 50 und 100 Stunden Versuchszeit über ein Bodenablassventil aus dem Abscheider entnommen und gewogen. Zum Erreichen eines stationären Zustandes bezüglich Synthesegas-Umsatz und Kohlenwasserstoffselektivitäten waren in der
30 Regel 50 –100 Stunden Versuchszeit ausreichend. Typische Versuchsbedingungen und Ergebnisse bei der Charakterisierung von FTS Katalysatoren in dem 16-

fach Reaktor sind (aus Gründen der Übersichtlichkeit) für einen Katalysator in Tabelle 1 zusammengestellt.

- 5 Tabelle 1: Experimentelle Bedingungen und Ergebnisse bei der Umsetzung von Synthesegas (H_2/CO) an einem typischen Fischer-Tropsch Synthese Katalysator

| Beispiel | Temperatur | Druck | GHSV | Volumenstrom, NL/h | | CO-Umsatz | Raumzeitausbeute | Kohlenwasserstoffselektivität, C-% | | |
|----------|------------|-------|-----------------|--------------------|------------|-----------|---------------------------------------------------|------------------------------------|--------|------|
| | °C | bar | h ⁻¹ | Syn-Gas | Stripp-Gas | % | g·h ⁻¹ mL _{Kat} ⁻¹ | C1-C4 | C5-C12 | C13+ |
| 1 | 200 | 10 | 2040 | 2.04 | 0 | 8.7 | 0.0291 | 12.8 | 21.6 | 65.6 |
| 2 | 210 | 10 | 1980 | 1.98 | 0 | 13.2 | 0.0433 | 21.0 | 34.5 | 44.5 |
| 3 | 220 | 10 | 2100 | 2.1 | 0 | 24.1 | 0.0862 | 21.5 | 33.8 | 44.7 |
| 4 | 230 | 10 | 2160 | 2.16 | 0 | 37.7 | 0.1467 | 24.6 | 37.2 | 38.2 |
| 5 | 220 | 10 | 1220 | 1.22 | 1 | 31.9 | 0.0850 | 20.8 | 33.9 | 45.3 |
| 6 | 230 | 10 | 1160 | 1.16 | 1 | 51.9 | 0.1406 | 23.7 | 37.1 | 39.2 |
| 7 | 235 | 10 | 1280 | 1.28 | 1 | 58.4 | 0.1732 | 26.9 | 40.5 | 32.6 |
| 8 | 210 | 10 | 1220 | 1.22 | 1 | 18.8 | 0.0469 | 18.3 | 30.4 | 51.3 |

- 10 Es wurden zwei Versuchsreihen durchgeführt, in denen die GHSV erfindungsge-
mäß über eine Regelfluidzufuhr, sowie die Reaktortemperatur verändert wurde. In
der Versuchsreihe 1 (Beispiele 1-4) betrug die GHSV etwa 2100 h⁻¹ und in der
Versuchsreihe 2 etwa 1200 h⁻¹. Die niedrigere GHSV wurde realisiert, indem zur
Regelung nach dem Reaktor ein konstanter Stripgasstrom (aus der Regelfluidzu-
15 fuhr) dem Produktgasstrom zugeführt wurde. Dadurch verringert sich bei kon-
stanten Druck/Fluss-Verhältnissen (bestimmt durch den Reaktionsraumdruck und
den Dimensionen der Kapillare) der Eduktgasvolumenstrom.

- 20 In beiden Versuchsreihen steigt der CO-Umsatz und die Raumzeitausbeute der
gebildeten Kohlenwasserstoffprodukte mit zunehmender Temperatur an. Ver-
gleicht man die beiden Versuchsreihen bei konstanter Temperatur (Beispiel 3+4
mit 5+6) erkennt man, wie erwartet, dass der Umsatz bei der tieferen GHSV's
zunimmt, die Raumzeitausbeute jedoch konstant bleibt.

- 25 In der zugehörigen Figur 6 ist der natürliche Logarithmus der Raumzeitausbeute
(vertikale y-Achse) als Maß für die Reaktionsgeschwindigkeit für beide Versuchs-

reihen als Funktion der inversen Temperatur ($1/T$) (horizontale x-Achse) in einem sogenannten „Arrhenius Diagramm“ aufgetragen.

- 5 Es ist zu erkennen, dass für beide Versuchsreihen die Reaktionsgeschwindigkeiten als Funktion der Temperatur identisch sind, und die aus der Steigung der Geraden berechnete Aktivierungsenergie 107 kJ/mol beträgt.

10 Dabei zeigt die durchgehende Linie die Ergebnisse der Beispiele 1 bis 4, wohingegen die gestrichelte Linie die Ergebnisse der Beispiele 5 bis 8 zeigt.

Die Produktselektivitäten der gebildeten Kohlenwasserstoffe für die beiden Versuchsreihen sind ebenfalls in Tabelle 1 dargestellt und in Figur 7 für Beispiel 7 als Funktion des CO Umsatzes aufgetragen. Dabei ist in Figur 7 die Produktselektivität, bezogen auf die Kohlenwasserstoffe in % angegeben (vertikale y-Achse),
15 und zwar als Funktion des Umsatzes bezüglich CO, gleichfalls in % (horizontale x-Achse). Dabei repräsentieren die offenen Quadrate die Kohlenwasserstoffe C_1 bis C_4 , die offenen Dreiecke C_5 bis C_{12} sowie die gefüllten Kreise C_{13} und höher.

20 Es ist erkennbar, dass sich die Produktselektivitäten für die beiden Versuchsreihen nur wenig verändern. Mit zunehmendem CO Umsatz und Temperatur verringert sich der Anteil an C_{13+} Kohlenwasserstoffen während der Anteil an C_1 - C_4 Gasen und der C_5 - C_{12} Benzinfraktion zunimmt. Die in Tabelle 1 zusammengestellten Selektivitäten entsprechen den gemessenen Durchschnittswerten im stationären
25 Zustand.

Figur 8 schließlich zeigt die Selektivitätswerte bezüglich den Kohlenwasserstoffen (in %, vertikale y-Achse) für Beispiel 7 als Funktion der Versuchszeit (in Stunden, horizontale x-Achse). Es ist erkennbar, dass sich die Produktselektivität
30 über sehr lange Zeiträume nicht verändert, was nur dadurch möglich ist, dass in

den Parallelreaktoren konstante Bedingungen bezüglich Druck, Fluss (GHSV) und Temperatur vorliegen.

- 5 Die Schlussfolgerung aus der Diskussion der Beispiele 1-8 ist, dass die Bestimmung von reaktionstechnischen Daten (Bestimmung der Aktivität, Aktivierungsenergie und Produktselektivität) zur Charakterisierung von FTS-Katalysatoren mit Hilfe von Parallelreaktoren mit sehr hoher Genauigkeit durchführbar ist. Insbesondere konnte während des Ablaufes der Reaktionen der Fluss, hier gemessen als
- 10 GHSV, unabhängig vom Druck variiert werden.

hte Aktiengesellschaft
the high throughput experimentation company

23. Dezember 2003
H38305 MR/HT

Patentansprüche

- 5 1. Vorrichtung zum parallelen Durchführen oder Untersuchen von chemischen Reaktionen, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zumindest die folgenden Komponenten umfaßt:
- (a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktionsräume;
- 10 (b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder für Teilmengen hiervon;
- (d) reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr;
- 15 (e) reaktionsraumsausgangsseitig, und, in Strömungsrichtung des Produktes stromabwärts von der Verbindung zur Haltegaszufuhr nach (d), zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum.
2. Vorrichtung zum parallelen Durchführen oder Untersuchen von chemischen Reaktionen, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zumindest
- 20 umfasst:
- (a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktionsräume;
- (b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder für Teilmengen hiervon;
- 25 (d) reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Haltegaszufuhr;
- (d') reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Regelfluidzufuhr;

- 5 (e) reaktionsraumsausgangsseitig, und, in Strömungsrichtung des Produktes stromabwärts von der Verbindung zur Haltegaszufuhr nach (d) sowie der Verbindung zur Regelfluidzufuhr nach (d'), zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zusätzlich mindestens eine weitere der folgenden Komponenten umfaßt:
- 10 (c) reaktionsraumseingangsseitig zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum;
- (f) zumindest eine Einheit zur Analyse der Produkte aus den einzelnen Reaktionsräumen;
- 15 (g) zumindest eine gemeinsame Heizeinrichtung für die Reaktionsräume, sowie mindestens eine weitere hiervon getrennte Heizeinrichtung für zumindest ein funktional zusammengehöriges Set von Restriktoren.
4. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest die Komponenten (a), (b), (d), (e), sowie gegebenenfalls (c), fluiddicht miteinander verbunden sind.
- 20 5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponenten auch bei Drucken größer als 20 bar fluiddicht miteinander verbunden sind.
- 25 6. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponenten (a), (b), (d), (e), sowie gegebenenfalls (c), (d') und (f) entweder jeweils direkt, oder über Kanäle, Rohre oder Kapillaren, miteinander verbunden sind.
- 30 7. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch

gekennzeichnet, dass die gemeinsame Eduktzufuhr zumindest die folgenden Komponenten umfaßt:

5 (i) zumindest eine Versorgungseinheit für das zumindest eine Edukt;

(ii) zumindest einen Druckregler und/oder einen Massendurchflussregler für das zumindest eine Edukt.

10 8. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die gemeinsame Eduktzufuhr erfolgt über ein Manifold, eine rechenförmige Anordnung von Kanälen, Rohren oder Kapillaren mit einem gemeinsamen Knoten/Mischpunkt, oder über eine Eduktzufuhrkammer.

15 9. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass jeder Restriktor nach (e), und gegebenenfalls jeder Restriktor nach (c), einen um mindestens 50 % größeren Strömungswiderstand innerhalb der Vorrichtung darstellt als jedes andere Bauteil innerhalb der Vorrichtung, ausgenommen alle anderen Restriktoren.

20 10. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Restriktoren nach (e), und gegebenenfalls die Restriktoren nach (c), ausgewählt sind aus der Gruppe umfassend: Metallplatten mit Bohrungen, Sintermetallplatten, Lochblenden, pinholes, Fritten, poröse Materialien, Kapillaren, mikrogefräste Kanäle.

25

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass als Restriktoren Kapillaren eingesetzt werden und der durchschnittliche Innendurchmesser der Kapillaren im Bereich von 5 μm bis 500 μm liegt.

12. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Volumen der Reaktionsräume jeweils im Bereich von 0,1 ml bis 50 ml liegt.
- 5
13. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktionsräume als Reaktionskanäle ausgebildet sind und jeweils über einen Einsatz zu Aufnahme von festen Stoffen verfügen.
- 10
14. Vorrichtung nach mindestens einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die gemeinsame Haltegaszufuhr zumindest die folgenden Komponenten umfaßt:
- 15
- (i) zumindest eine Versorgungseinheit für das Haltegas,
 - (ii) zumindest einen Durchflussmesser,
 - (iii) zumindest einen Druckregler.
15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, dass alle oder Teilmengen der Reaktionsräume über eine bis zumindest 20 bar fluid-
- 20
- dichte Verbindung mit einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr verbunden ist.
16. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 2 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die gemeinsame Regelfluidzufuhr zumindest die folgenden Komponenten umfaßt:
- 25
- (i) zumindest eine Versorgungseinheit für das Regelfluid,
 - (ii) zumindest einen Massendurchflussregler,
 - (iii) stromabwärts (bezogen auf die Flussrichtung des Regelfluides) des Massendurchflussreglers jeweils einen Restriktor pro Verbindung von der
- 30
- Regelfluidzufuhr zu den Reaktionsräumen.

17. Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 2 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindungen, welche von der Regelfluidzufuhr zu den Reaktionsräumen geführt werden sollen, mit den Verbindungen, die reaktionsraumsausgangsseitig zum Ableiten der Produkte an die Reaktionsräume angeschlossen sind, in einem Knoten/Mischpunkt zusammengeführt werden.
18. Vorrichtung nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Knoten/Mischpunkte zum Einspeisen des Regelfluides stromabwärts (in Bezug auf die Flussrichtung des Regelfluides) nach den Restriktoren der Regelfluidzufuhr liegen und gleichzeitig auch stromaufwärts (in Bezug auf die Flussrichtung des Produktes/der Produkte) vor den reaktionsraumsausgangsseitigen Restriktoren [Restriktoren nach (e)].
19. Verfahren zum parallelen Durchführen oder Untersuchen von zumindest zwei chemischen Reaktionen in zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren zumindest die folgenden Schritte aufweist:
- (A) Inkontaktbringen jeweils mindestens einer Substanz in zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen mit zumindest einem Edukt über zumindest eine allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Eduktzufuhr;
- (B) simultanes Inkontaktbringen des jeweils mindestens einen Produktflusses aus den zumindest zwei voneinander räumlich getrennten Reaktionsräumen mit einem Haltegas aus einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr.
20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass es zusätzlich zumindest den folgenden weiteren Schritt umfaßt:

(C) simultanes Inkontaktbringen des jeweils mindestens einen Produktflusses aus den zumindest zwei voneinander räumlich getrennten Reaktionsräumen mit einem Regelfluid aus zumindest einer allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Regelfluidzufuhr.

5

10

21. Verfahren nach Anspruch 19 oder Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest eine der zumindest zwei chemischen Reaktionen nicht volumenkonstant ist.

15

22. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 21, dadurch gekennzeichnet, dass die Eduktflüsse durch die, den zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen vorgeschalteten, oder durch die den Reaktionsräumen nachgeschalteten, Restriktoren, oder durch beide, zumindest angenähert gleich auf alle Reaktionsräume verteilt werden.

20

23. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass durch Zufuhr eines inerten Haltegasen über zumindest eine gemeinsame Haltegaszufuhr gegebenenfalls in den Reaktionsräumen auftretende Volumenschwankungen gemindert oder ausgeglichen werden.

25

24. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass im Anlaufbetrieb, d.h. vor dem Ablaufen der mindestens einen chemischen Reaktion in den Reaktionsräumen, ein Druck des Haltegasen aus der gemeinsamen Haltegaszufuhr eingestellt wird, der in etwa dem gewünschten Druck in den Reaktionsräumen während des Ablaufens der chemischen Reaktionen entspricht, sowie dass anschließend der Eduktfluss aus der gemeinsamen Eduktzufuhr so eingestellt wird, dass Edukt von der gemeinsamen Eduktzufuhr in die Reaktionsräume fließt.

30

25. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass der Reaktionsraum mit mindestens einer festen Sub-

stanz beschickt ist, und dass die Belastung der festen Substanz mit Edukt als GHSV angegeben wird, für den Fall, dass das Edukt ein Gas ist, bzw. in Einheiten der LHSV, für den Fall, dass das Edukt eine Flüssigkeit ist, sowie dass die GHSV 300 h^{-1} bis 10000 h^{-1} beträgt, bzw. die LHSV $0,2 \text{ h}^{-1}$ bis 10 h^{-1} beträgt.

26. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 25, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck in den Reaktionsräumen im Bereich von 2 bis 200 bar liegt.
27. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 26, dadurch gekennzeichnet, dass in den in Strömungsrichtung den Reaktionsräumen nachgeschalteten Restriktoren ein Druckabfall von mindestens 10 bar erzeugt wird.
28. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 27, dadurch gekennzeichnet, dass im Anlaufbetrieb ein konstanter, von Null verschiedener, Regelfluidfluss eingestellt wird, und bei Ablauf der Reaktion durch Erhöhen oder Erniedrigen dieses Regelfluidflusses der Fluss an Edukt durch den Reaktor jeweils erniedrigt oder erhöht wird, und zwar ohne dass hierdurch der Druck in den Reaktionsräumen signifikant beeinträchtigt wird.
29. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 28, wobei das Verfahren in einer Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 18 durchgeführt wird.
30. Vorrichtung zum parallelen Durchführen oder Untersuchen von Mehrphasenreaktionen, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zumindest umfaßt:
(a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktionsräume;

- (b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder Teilmengen hiervon;
(b') reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktflüssigkeitszufuhr für die Reaktionsräume nach (a), oder Teilmengen hiervon;
5 (b'') reaktionsraumseingangsseitig und als Bestandteil der Verbindungen von der gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr zu den Reaktionsräumen nach (a) zumindest einen Restriktor pro Verbindung;
(e') reaktionsraumsausgangsseitig, und, in Strömungsrichtung des zumindest einen Produktes stromabwärts von der Verbindung zu einer optional
10 vorhandenen Regelfluidzufuhr, zumindest eine Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung pro Reaktionsraum;
(e'') zugehörig zu jeder Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung eine Verbindung zur Ableitung des zumindest einen Reaktionsgases;
15 (e''') pro Verbindung nach (e''), und über einen Knoten/Mischpunkt, eine Verbindung zu einer gemeinsamen Haltegaszufuhr;
(e''') nach dem Knoten nach (e''), d.h. in Strömungsrichtung des Reaktionsgases stromabwärts, aber vor einer gegebenenfalls vorliegenden Einheit zur Analyse, zumindest einen Restriktor pro Verbindung nach (e'').
20
31. Vorrichtung nach Anspruch 30, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindungen von der gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr zu den zumindest zwei Reaktionsräumen räumlich und stofflich getrennt sind von den Verbindungen der gemeinsamen Eduktzufuhr nach (b) zu den Reaktionsräumen.
25
32. Vorrichtung nach Anspruch 30 oder 31, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung zusätzlich zumindest eine weitere der nachfolgenden Komponenten umfaßt:
30 (c') reaktionsraumseingangsseitig, und zugehörig zu den Verbindungen von der gemeinsamen Eduktzufuhr zu den zumindest zwei Reaktionsräumen, zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum;

(d') reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktionsraum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Regelfluidzufuhr;

5 (f) zumindest eine Einheit zur Analyse der Reaktionsgase aus den einzelnen Reaktionsräumen;

(g) zumindest eine gemeinsame Heizeinrichtung für die Reaktionsräume, sowie mindestens eine weitere hiervon getrennte Heizeinrichtung für zumindest ein Set von Restriktoren.

10

33. Vorrichtung nach zumindest einem der Ansprüche 30 bis 32, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest einer der Reaktionsräume nach (a) als Gas-Flüssig-Fest-Reaktor ausgebildet ist.

15 34. Vorrichtung nach zumindest einem der Ansprüche 30 bis 33, dadurch gekennzeichnet, dass die Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung Abscheider und/oder Kondensatoren sind, sowie dass der Gas-Flüssig-Fest Reaktor ein trickle bed reactor ist.

20 35. Verfahren zum parallelen Durchführen oder Untersuchen von zumindest zwei chemischen Reaktionen in zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren zumindest die folgenden Schritte aufweist:

25 (A') Inkontaktbringen jeweils mindestens einer Substanz pro Reaktionsraum in zumindest zwei räumlich voneinander getrennten Reaktionsräumen mit zumindest einem Edukt über zumindest eine allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen hiervon, gemeinsamen Eduktzufuhr, sowie mit zumindest einer Eduktflüssigkeit über eine allen Reaktionsräumen, oder Teilmengen
30 hiervon, gemeinsamen Eduktflüssigkeitszufuhr;

(B') simultanes Inkontaktbringen des jeweils aus jeder Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung abfließenden mindestens einen Reak-

tionsgases mit einem Haltegas aus zumindest einer allen Einheiten zur Gas-Flüssig-Trennung gemeinsamen Haltegaszufuhr;
(D) Einführen der aus dem Reaktor fließenden Produktflüsse in jeweils zumindest eine Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung pro Reaktionsraum.

5

36. Verfahren nach Anspruch 35, dadurch gekennzeichnet, dass es zumindest einen weiteren Schritte umfaßt:

10

(C') simultanes Inkontaktbringen des jeweils mindestens einen Produktflusses aus zumindest zwei voneinander räumlich getrennten Reaktionsräumen mit einem Regelfluid aus einer allen Reaktionsräumen gemeinsamen Regelfluidzufuhr.

15

37. Verfahren nach Anspruch 36, dadurch gekennzeichnet, dass das Regelfluid ein Gas ist, und dieses Gas nicht nur zum Regeln der Flüsse durch die Reaktionsräume dient, sondern auch dazu beiträgt, in der aus den Reaktionsräumen austretenden flüssigen Phasen in der Einheit zur Gas-Flüssig-Trennung gegebenenfalls gelöste Gase und flüchtige Substanzen abzustrippen.

20

38. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 35 bis 37, wobei das Verfahren in einer Vorrichtung nach mindestens einem der Ansprüche 30 bis 34 durchgeführt wird.

25

39. Verwendung der Vorrichtung nach zumindest einem der Ansprüche 1 bis 18 oder 30 bis 34, oder eines Verfahrens nach mindestens einem der Ansprüche 19 bis 29 oder 35 bis 38 für zumindest eine in der Petrochemie gebräuchliche Reaktion.

30

40. Verwendung nach Anspruch 39, dadurch gekennzeichnet, dass die zumindest eine Reaktion ausgewählt ist aus den Reaktionsklassen Hydroprocessing, Hydrocracking, Entschwefelung (HDS), Entstickung (HDN), Oligomerisierungen, Polymerisationsreaktionen, Aromatisierungsreaktionen, Hydrierungen, Fischer-Tropsch-Reaktionen.
- 5

23. Dezember 2003
H38305 MR/HT

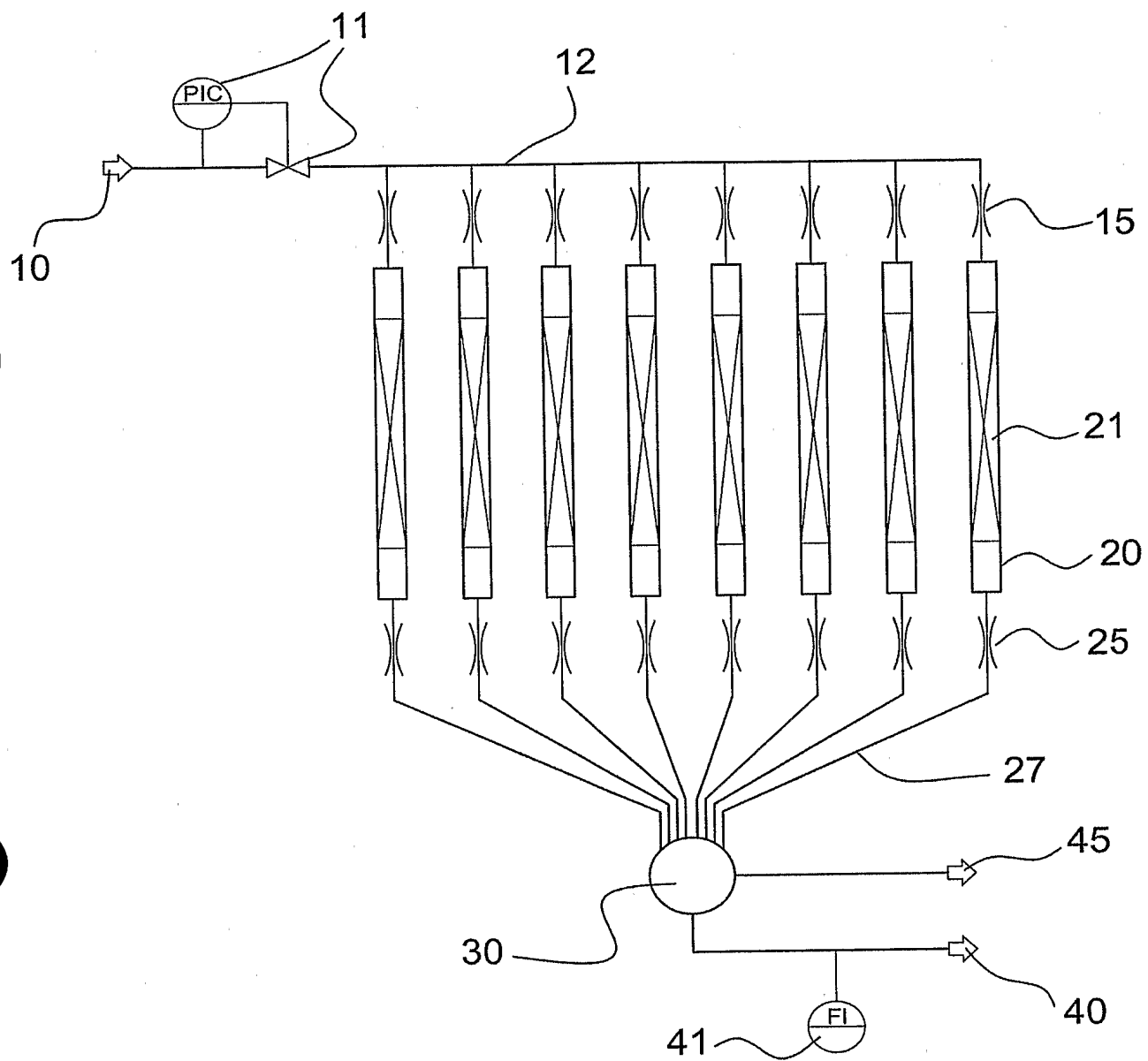
hte Aktiengesellschaft
the high throughput experimentation company

Zusammenfassung

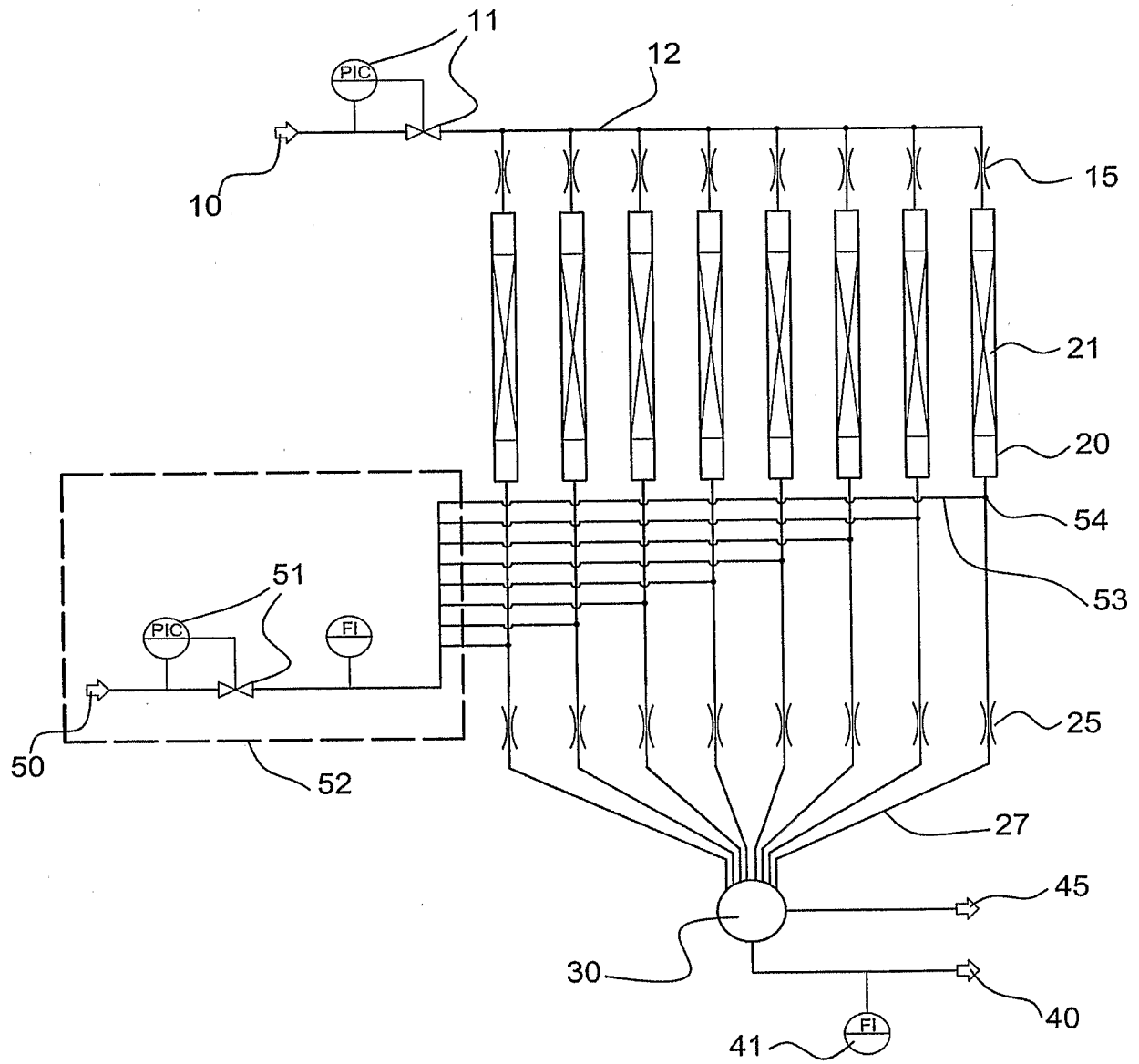
5 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind ein Verfahren und eine Vorrichtung
zum parallelen Untersuchen chemischer Reaktionen in mindestens zwei räumlich
voneinander getrennten Reaktionsräumen. Die Erfindung ist insbesondere geeig-
net für Reaktionen, die nicht volumenkonstant sind und/oder für Reaktionen, bei
denen Fluidflüsse durch zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reakti-
10 onsräume auf möglichst einfache Weise für alle Reaktionsräume, oder für zu-
sammengehörige Teilmengen derselben, gemeinsam geregelt werden sollen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zum parallelen Untersuchen von chemischen
Reaktionen gemäß einer Ausführungsform umfaßt dabei zumindest die folgenden
15 Komponenten: (a) zumindest zwei räumlich voneinander getrennte Reaktions-
räume; (b) reaktionsraumseingangsseitig zumindest eine gemeinsame Eduktzufuhr
für die Reaktionsräume nach (a); (d) reaktionsraumsausgangsseitig pro Reaktions-
raum zumindest eine Verbindung zu zumindest einer allen Reaktionsräumen, oder
Teilmengen hiervon, gemeinsamen Haltegaszufuhr; (e) reaktionsraumsausgangs-
20 seitig, und, in Strömungsrichtung des Produktes stromabwärts von der Verbin-
dung zur Haltegaszufuhr nach (d), zumindest einen Restriktor pro Reaktionsraum.

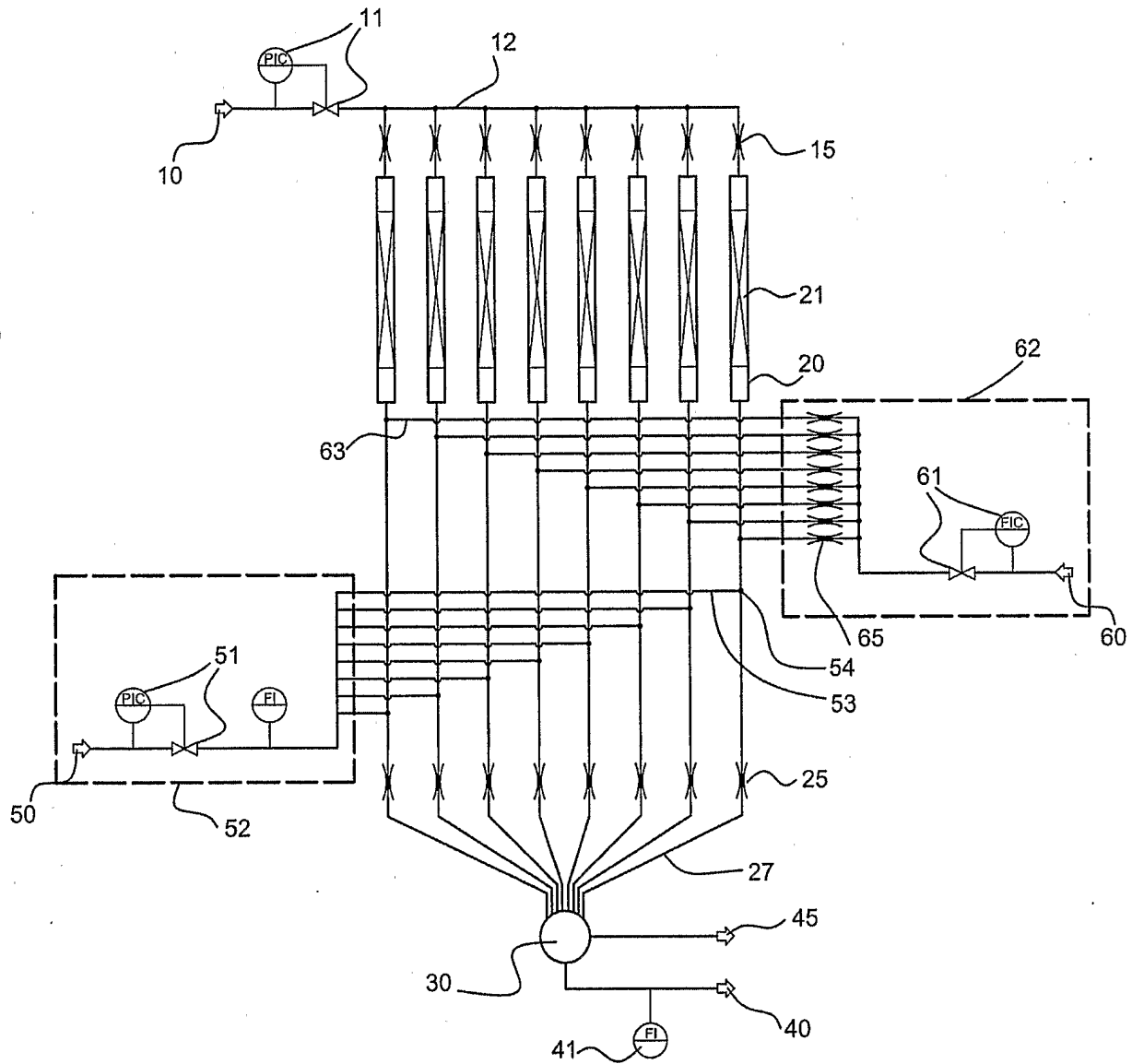
Figur 1



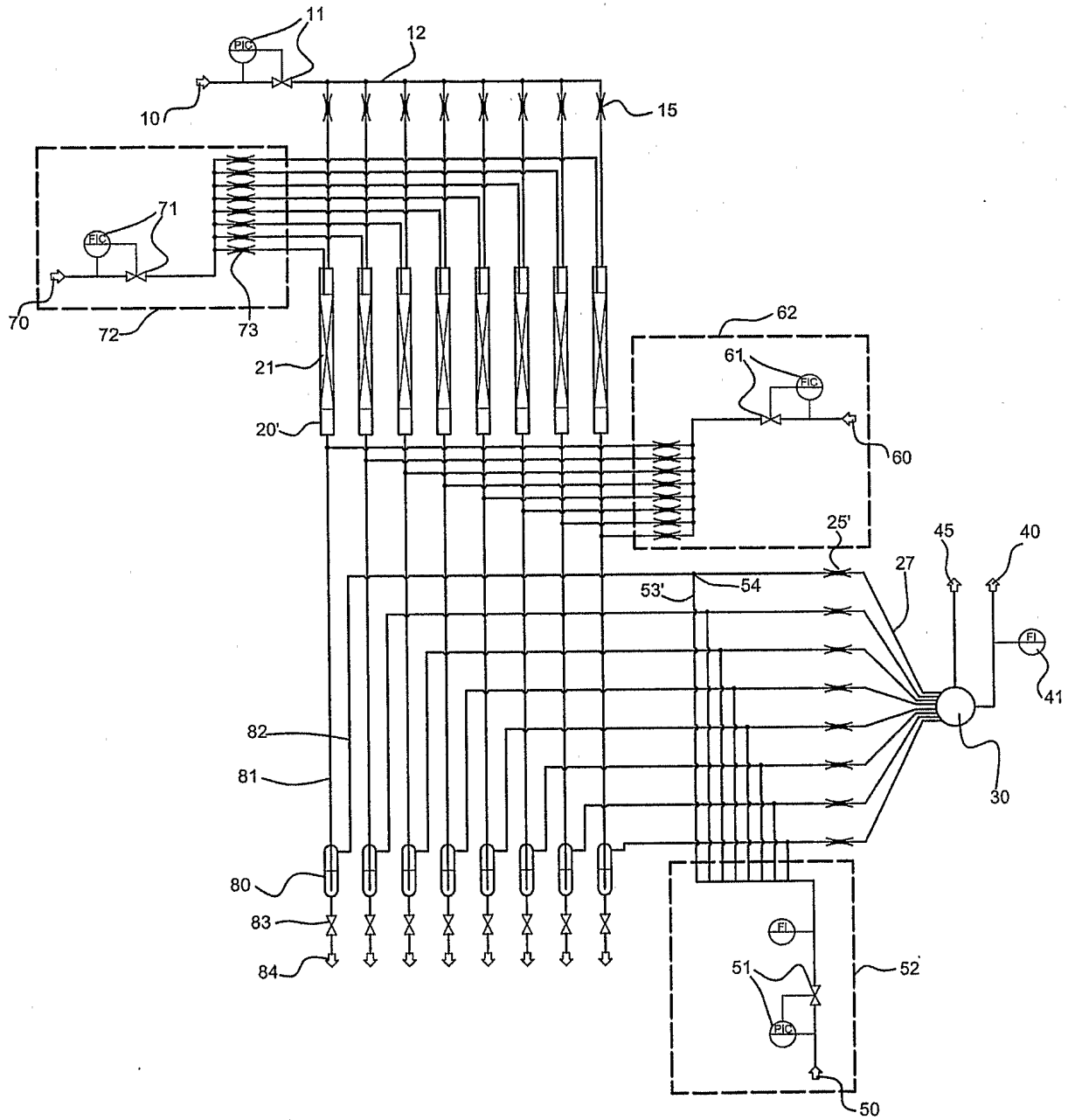
Figur 2

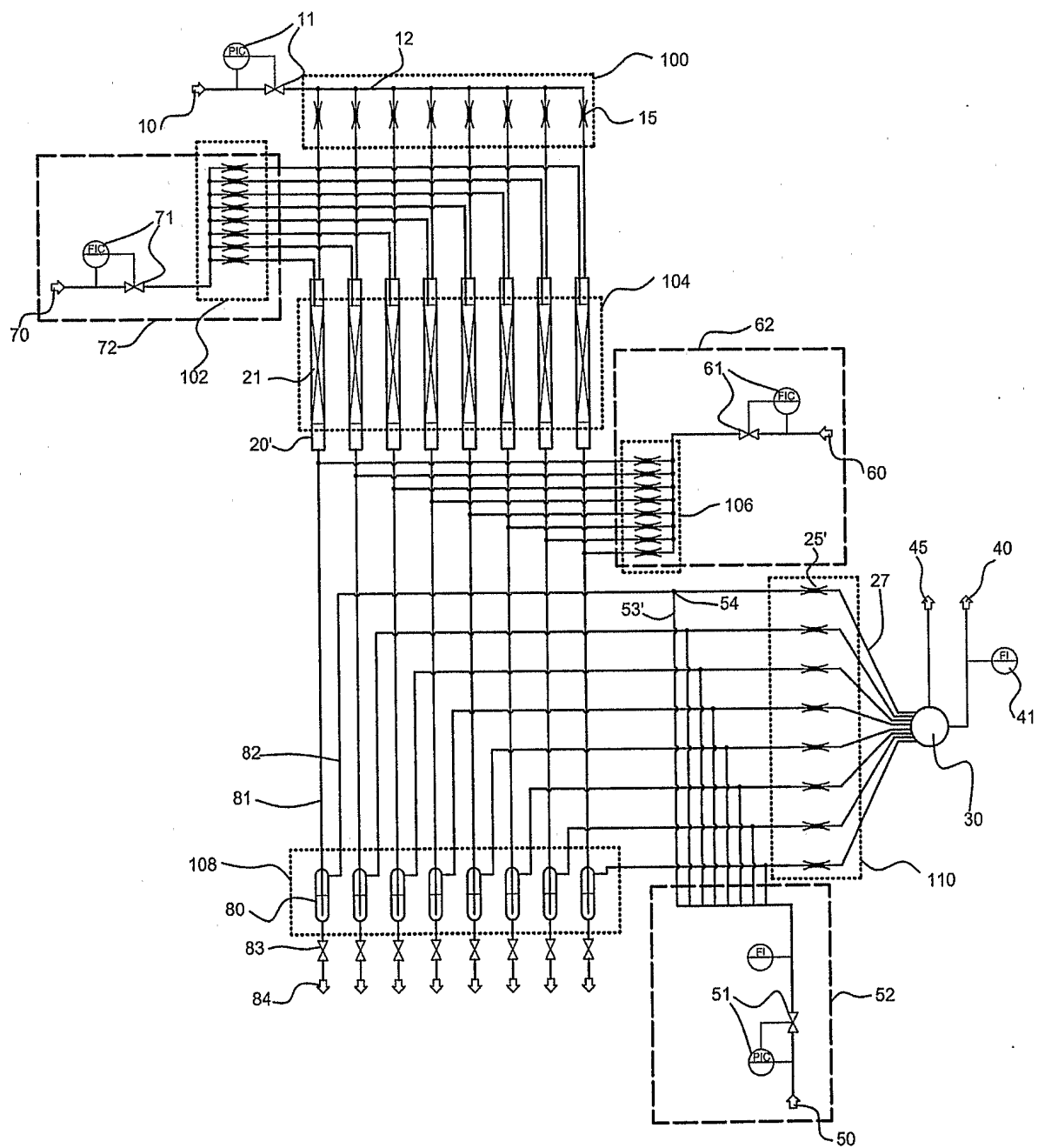


Figur 3

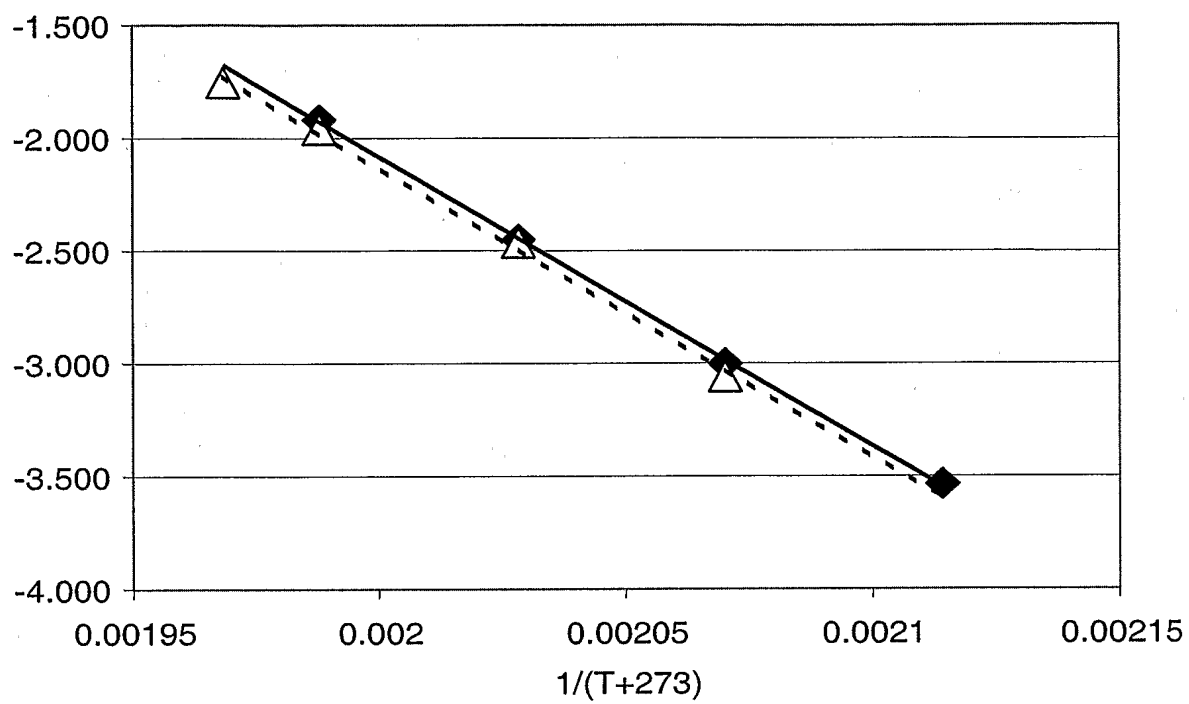


Figur 4



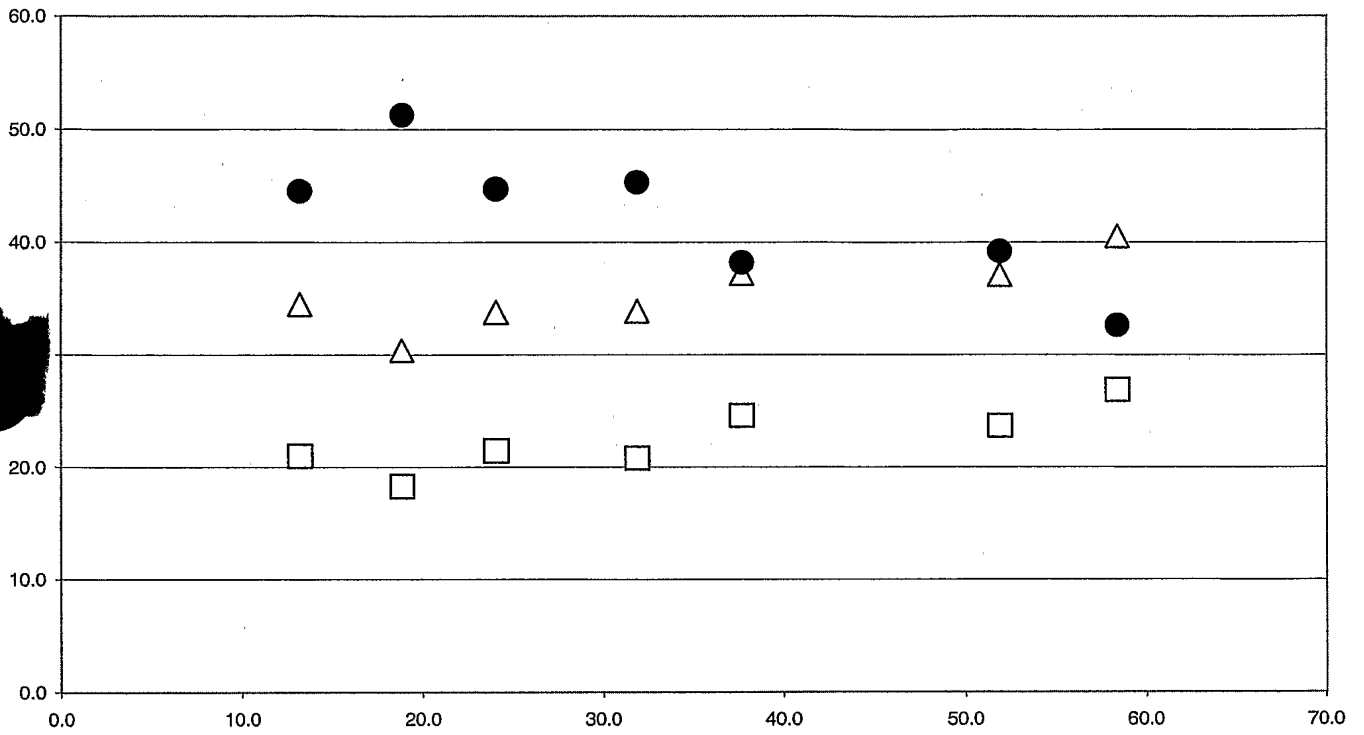
Figur 5

Figur 6



- 7 / 8 -

Figur 7



Figur 8

